



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH
TECHNOLOGIÍ

ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION
DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC
TECHNOLOGY

VYUŽITÍ MĚŘICÍ METODY SPM V TECHNOLOGII VÝROBY KRYSTALICKÝCH SOLÁRNÍCH ČLÁNKŮ

THE USE OF AFM MEASUREMENT METHOD IN CRYSTALLINE SILICON SOLAR CELLS
TECHNOLOGY

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. BARBORA MOJROVÁ

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. ONDŘEJ HÉGR, Ph.D.

BRNO 2013



VYSOKÉ UČENÍ
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky
a komunikačních technologií

Ústav elektrotechnologie

Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor
Elektrotechnická výroba a management

Studentka: Bc. Barbora Mojrová

ID: 115237

Ročník: 2

Akademický rok: 2012/2013

NÁZEV TÉMATU:

Využití měřicí metody SPM v technologii výroby krystalických solárních článků

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Prostudujte problematiku metody SPM (Scanning Probe Microscopy). Ve spolupráci s firmou Solartec proveďte měření vybraných typů povrchů solárních struktur se zaměřením na obecnou topografii povrchu a měření povrchového potenciálu. Výsledky zpracujte a vytvořte stručné vyhodnocení ve smyslu přínosu měřicí metody pro efektivnější kontrolu kvality jednotlivých technologických operací v procesu výroby krystalických solárních článků.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího práce.

Termín zadání: 11.2.2013

Termín odevzdání: 30.5.2013

Vedoucí práce: Ing. Ondřej Hégr, Ph.D.

Konzultanti diplomové práce:

prof. Ing. Jiří Kazelle, CSc.

Předseda oborové rady

UPOZORNĚNÍ:

Autor diplomové práce nesmí při vytváření diplomové práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č.40/2009 Sb.

Abstrakt

Tato práce se zabývá využitím technik mikroskopie atomárních sil (AFM) a mikroskopie Kelvinovou sondou (KPFM) ve výrobě solárních článků. Obě techniky zjišťují požadované vlastnosti povrchu pomocí silových interakcí mezi ním a hrotem, jež postupně skenuje celý povrch vzorku. Mikroskopie atomárních sil umožňuje trojrozměrné zobrazení struktury povrchu. Mikroskopie Kelvinovou sondou se využívá pro měření kontaktního potenciálu povrchu a vrstev těsně pod ním. V práci jsou popsána experimentální měření topografie pomocí AFM u monokrystalických i multikrystalických substrátů po různých procesech leptání. Pomocí KPFM byl měřen kontaktní potenciál na struktuře selektivního emitoru a na pasivačních a antireflexních vrstvách PSG, SiO_x, SiN_x a Al₂O₃. Všechny experimenty popsané v této práci probíhaly na pracovišti společnosti Solartec s.r.o. a plně korespondují se současnou technologií výroby krystalických solárních článků.

Abstract

This thesis deals with the use of Atomic Force Microscopy (AFM) and Kelvin Probe Force Microscopy (KPFM) in solar cells production. Both techniques measure surface properties using interactions between surface and tip that progressively scans entire surface of the sample. Atomic force microscopy allows three dimensional imaging of surface structure. Kelvin probe force microscopy is used to measure the contact potential difference on the sample surface. There are described experimental measurements of monocrystalline and multicrystalline substrates after various etching processes using AFM. By using KPFM the contact potential difference was measured on dielectric layers PSG, SiO_x, SiN_x and Al₂O₃ and on selective emitter structures. All experiments described in this work were carried out at the Solartec Ltd. workplace and they completely correspond with the actual technology of crystalline solar cells production.

Klíčová slova

Mikroskopie rastrující sondou, SPM, mikroskopie atomárních sil, AFM, mikroskopie Kelvinovou sondou, KPFM, solární článek.

Key words

Scanning Probe Microscopy, SPM, Atomic Force Microscopy, AFM, Kelvin Probe Force Microscopy, KPFM, Solar cell.

Bibliografická citace díla

MOJROVÁ, B. Využití měřicí metody SPM v technologii výroby krystalických solárních článků. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2013. 61 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Ondřej Hégr, Ph.D..

Prohlášení autora o původnosti díla

Prohlašuji, že jsem tuto vysokoškolskou kvalifikační práci vypracovala samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce, s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury. Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušila autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhla nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědoma následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

V Brně dne 30. 5. 2013

.....

Poděkování

Děkuji vedoucímu diplomové práce Ing. Ondřeji Hégrovi, Ph.D. za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování projektu. Dále děkuji kolektivu ve firmě Solartec, s.r.o. za poskytnutí prostoru a zařízení k realizaci experimentálních měření a mnoho cenných rad.

Obsah

Úvod.....	9
1 Mikroskopie rastrující sondou (SPM).....	10
1.1 Sondy pro skenující rastrující mikroskopii.....	10
1.2 Artefakty skenování.....	12
2 Mikroskopie atomárních sil (AFM)	16
2.1 Kontaktní mód	19
2.2 Semikontaktní mód.....	20
2.3 Bezkontaktní mód.....	21
3 Mikroskopie Kelvinovou sondou (KPFM)	23
3.1 Kelvinova sonda	23
3.2 Princip KPFM.....	24
4 Výroba křemíkových solárních článků	28
4.1 Úprava základního materiálu.....	28
4.2 Leptání poškozené vrstvy	28
4.3 Texturace	30
4.4 Difúze	32
4.5 Nanesení antireflexní a pasivační vrstvy	33
4.6 Kontaktování	35
4.7 Broušení hran.....	36
4.8 Měření na hotových člancích.....	36
4.9 Další používané měřicí metody	37
5 Měřicí zařízení	39
5.1 Mikroskop NTEGRA Prima.....	39
6 Využití SPM technik při studiu vlastností krystalických křemíkových solárních článků	41
6.1 Příprava vzorků.....	41
6.2 Obecné zásady měření	42
6.3 Měření topografie povrchu	42
6.4 Měření kontaktního potenciálu	53
Závěr.....	59
Bibliografie.....	60

Seznam obrázků

Obr. 1: Hroty pro AFM (typ NSG10)	11
Obr. 2: Detail hrotu [4]	11
Obr. 3:Příklady zkreslení při zrcadlení hrotu [5]	12
Obr. 4: Vliv zrcadlení hrotu na snímek po otočení vzorku [6].....	12
Obr. 5: Porovnání přesného zobrazení (a) a zrcadlení hrotu (b) [6].....	13
Obr. 6: Zkreslení texturovaného povrchu zrcadlením hrotu	13
Obr. 7:Nekolmé postavení hrotu vůči vzorku [5].....	13
Obr. 8:Překmit na hraně [5].....	14
Obr. 9: a) profil pohybu hrotu b) snímek povrchu a jeho detail [5]	14
Obr. 10: Zkreslení měřené výšky při kalibraci na 1 bod výšky [5].....	15
Obr. 11: Srovnání kvality zobrazení povrchu zjištěného a) v přítomnosti akustických vibrací a b) bez jejich přítomnosti [5]	15
Obr. 12: Závislost Lennard-Jonesova potenciálu $w_{(r)}$ a jeho složek na vzdálenosti mezi 2 na sebe působícími částicemi [3]	17
Obr. 13: Závislost Lennard-Jonesova potenciálu $w_{(r)}$ a síly $F_{(r)}$ na vzdálenosti mezi 2 na sebe působícími částicemi [8]	18
Obr. 14: Závislost meziatomových sil mezi hrotem a vzorkem na jejich vzdálenosti [9]	18
Obr. 15: Schematické znázornění metody konstantní výšky kontaktního módu AFM [10]....	20
Obr. 16: Schematické znázornění metody konstantní síly kontaktního módu AFM [10].....	20
Obr. 17: Znázornění pohybu hrotu a sil na něj působících [9].....	20
Obr. 18: Rezonanční frekvence ramínka [13]	21
Obr. 19: Posun rezonanční frekvence při přiblížení hrotu k povrchu vzorku [13]	21
Obr. 20: Změna amplitudy při přibližování hrotu k povrchu vzorku [13]	22
Obr. 21: Porovnání kontaktního a bezkontaktního módu AFM [6]	22
Obr. 22: Závislost výstupního špičkového napětí U_{PP} na vyrovnávajícím napětí U_b [15]	23
Obr. 23: Princip funkce Kelvinovy sondy [16]	24
Obr. 24: Průběh měření KPFM v módu amplitudové modulace [10].....	26
Obr. 25:Povrch monokrystalického substrátu po leptání pohmožděné vrstvy v roztoku KOH29	
Obr. 26: Zobrazení defektů pomocí doby života nosičů	30
Obr. 27: Schematické znázornění účinnosti zachycení záření u rovného povrchu (a) a u povrchu s texturou (b)	30
Obr. 28:Povrch po texturaci v zásadité lázni.....	31
Obr. 29:Povrch po texturaci v kyselé lázni	31
Obr. 30:Křemíková pec pro difúzi	32
Obr. 31:Průběžná pec pro difúzi	33
Obr. 32: Princip BSF efektu u ARC a pasivační vrstvy	34
Obr. 33: Natištěný kontakt na přední straně a pyramidová struktura textury [24].....	35
Obr. 34: Substrát s natištěnou pastou	36
Obr. 35: Substrát s vytvořenými kontakty	36
Obr. 36: Popis mikroskopu.....	39
Obr. 37: SEM snímek hrotu NSG10 [27].....	40
Obr. 38: Vzorek připravený k měření	41
Obr. 39: Srovnání povrchů monokrystalických substrátů po odleptání pohmožděné vrstvy...	44
Obr. 40: Povrch neleptaného multikrystalického substrátu.....	45
Obr. 41: Povrch multikrystalického substrátu s předpokládaným hladkým povrchem	46
Obr. 42: Povrch multikrystalického substrátu s předpokládaným hrubým povrchem	47
Obr. 43: Povrch monokrystalického křemíku po standardní alkalické textuře	48
Obr. 44: Profil standardní alkalické textury z obr. 43 a).....	48

Obr. 45: Povrch multikrystalického substrátu s kyselou texturou leptaný ve standardní lázni	50
Obr. 46: Povrch multikrystalického substrátu s kyselou texturou leptaný v upravené lázni ...	51
Obr. 47: Povrch monokrystalického substrátu s kyselou strukturou leptaný v lázni 1	51
Obr. 48: Povrch monokrystalického substrátu s kyselou strukturou leptaný v odlišných lázních	52
Obr. 49: Struktura povrchu po vytvoření selektivního emitoru	53
Obr. 50: Povrch a kontaktní potenciál U_{CPD} selektivního emitoru vytvořeného na texturovaném substrátu	54
Obr. 51: Rozhraní selektivního emitoru na leštěné desce	54
Obr. 52: Povrch a kontaktní potenciál U_{CPD} selektivního emitoru vytvořeného na leštěné desce	55
Obr. 53: Snímek U_{CPD} vrstvy PSG u vzorku SiD_1	57
Obr. 54: Snímek U_{CPD} vrstvy nitridu křemíku u vzorku SiD_2.....	57
Obr. 55: Snímek U_{CPD} vrstvy oxidu křemíku u vzorku SiD_3	57
Obr. 56: Snímek U_{CPD} vrstvy oxidu křemíku na nitridu křemíku u vzorku SiD_4.....	57
Obr. 57: Snímek U_{CPD} vrstvy nitridu křemíku u vzorku SiD_5.....	58
Obr. 58: Snímek UCPD vrstvy oxidu hliníku u vzorku SiD_6.....	58
Obr. 59: Snímek UCPD vrstvy oxidu hliníku u vzorku SiD_7	58

Seznam tabulek

Tabulka 1: Parametry použitých hrotů [27]	40
Tabulka 2: Rozdíly drsnosti struktur na monokrystalických substrátech po odleptání pohmožděné vrstvy	44
Tabulka 3: Rozdíly drsnosti struktur na multikrystalickém neleptaném substrátu	45
Tabulka 4: Rozdíly drsnosti struktur na multikrystalickém substrátu s předpokládaným hladkým povrchem.....	46
Tabulka 5: Rozdíly drsnosti struktur na multikrystalickém substrátu s předpokládaným hrubým povrchem	47
Tabulka 6: Rozdíly drsnosti struktur na multikrystalickém substrátu s kyselou texturou leptaný ve standardní lázni	50
Tabulka 7: Drsnost struktury na multikrystalickém substrátu s kyselou strukturou leptaný v upravené lázni	51
Tabulka 8: Drsnost struktury na multikrystalickém substrátu s kyselou strukturou leptaný v lázni 1	51
Tabulka 9: Drsnost struktury na multikrystalických substrátech s kyselou strukturou leptaných v odlišných lázních.....	52
Tabulka 10: vybrané parametry měřených vrstev	55
Tabulka 11: hodnoty kontaktního potenciálu U_{CPD}	56

Úvod

Současná technologie výroby solárních článků je velmi rozmanitá, ale i přes velké množství alternativních materiálů a výrobních postupů si hlavní postavení stále zachovávají články tzv. první generace – z monokrystalického a multikrystalického křemíku. Jejich konverzní účinnost je v porovnání s dalšími typy článků vyšší, (monokrystalické články 16 – 19 %, u multikrystalických je to o něco méně, cca 15 % až 17 %).

Během výroby křemíkového krystalického solárního článku dochází k výrazné proměně povrchu základního substrátu, a to jak z hlediska struktury povrchu, tak z hlediska elektrických a optických vlastností. Při výrobě je nejprve upravena struktura povrchu tzv. texturací, poté je vytvářena tenká vrstva s opačnou vodivostí, než je vodivost substrátu, a následně je deponována antireflexní a pasivační vrstva. Vhodně texturovaný povrch snižuje optické ztráty, a proto je důležité umět určit jeho hlavní parametry. Jedním z nejvýznamnějších prvků struktury solárního článku, umožňujícím snižování nejen optických ztrát, ale i rekombinačních a odporových, je pasivační a antireflexní vrstva.

Pro zlepšení konverzní účinnosti celého článku je nezbytná charakterizace vrstev, a to z pohledu jak jejich mechanických, tak i elektrických vlastností. Protože velikost textury je maximálně v řádu několika mikrometrů, hloubka difúze v desetinách mikrometru a tloušťka antireflexní a pasivační vrstvy je ještě tenčí – cca desítky nanometrů, není možné při výrobě spoléhat pouze na optickou mikroskopii, která navíc umožňuje zkoumat pouze některé materiálové parametry.

Známým a rozšířeným nástrojem pro zkoumání mikronových a submikronových struktur je elektronová mikroskopie, jež umožňuje zobrazení mechanických i elektrických vlastností. Hlavní nevýhodou v tomto případě je vysoká pořizovací cena, nutnost zdroje elektronů a vakua. Alternativou k elektronové mikroskopii jsou mikroskopické techniky využívající interakce mezi povrchem vzorku a speciálním hrotem – mikroskopie rastrující sondou. Podle druhu interakce mezi nimi lze zkoumat elektrické i mechanické vlastnosti texturovaného povrchu i pasivačních vrstev. Většina technik spadajících pod mikroskopii rastrující sondou nepotřebuje pro správnou funkci vakuum, přičemž poskytují informace ve srovnatelném rozlišení jako elektronové mikroskopy.

Tato práce se zabývá možnostmi využití mikroskopie rastrující sondou ve výrobě solárních článků, a to právě v oblasti zjišťování vlastností textury a pasivační (resp. antireflexní) vrstvy. Dobrá znalost těchto vrstev ve všech fázích výrobního procesu je klíčová pro optimalizaci povrchových vlastností. Jejich zlepšováním se potom lze přiblížit hranici maximální teoretické účinnosti křemíkového solárního článku.

1 Mikroskopie rastrující sondou (SPM)

Mikroskopie rastrující sondou (*Scanning Probe Microscopy*) zahrnuje mnoho technik umožňujících zobrazení struktury materiálu nebo některých vlastností až na atomární úrovni, například rastrující tunelová mikroskopie (*Scanning Tunneling Microscopy*), mikroskopie atomárních sil (*Atomic Force Microscopy*), skenující kapacitní mikroskopie (*Scanning Capacitance Microscopy*), mikroskopie Kelvinovou sondou (*Kelvin Probe Force Microscopy*) a mnoho dalších. SPM techniky umožňují povrch nejen pozorovat, ale i jeho modifikaci modifikovat – na SPM jsou založeny litografické techniky a lze manipulovat s jednotlivými molekulami nebo atomy. Základem všech těchto technik je hrot, který mapuje povrch. Není zde tedy žádné omezení vlnovou délkou světelného nebo elektronového paprsku a rozlišení je závislé pouze na vlastnostech povrchu, zvolené metodě a ostrosti hrotu. Další velkou výhodou, která vedla k masovému rozšíření SPM technik, je široké rozmezí podmínek, při nich lze provádět pozorování – ve vakuu, v kapalině i v plynném prostředí při rozsahu teplot od 4 K do 700 K [1]. Tak jako každá technika má i mikroskopie skenující sondou své nevýhody – tvar hrotu může zkreslovat topografii povrchu a v důsledku toho může být zkresleno i měření souvisejících vlastností. Současně je tato metoda velice náchylná na různé ořesy a vibrace. Informace se získávají pouze z tenké povrchové vrstvy, případně z oblastí těsně pod povrchem. SPM technik tedy nelze použít ke zjišťování objemových vlastností vzorku.

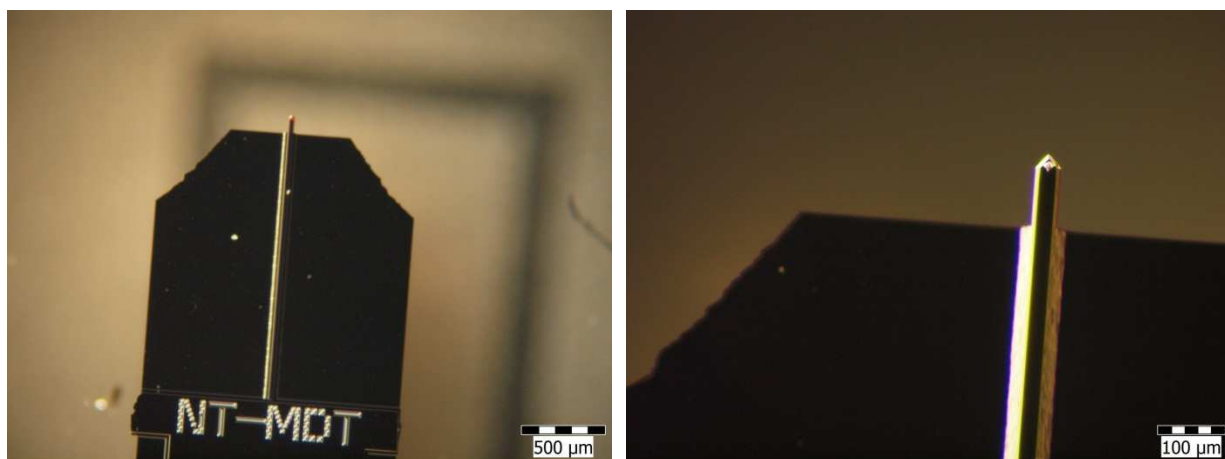
Základem mikroskopu s rastrující sondou je ostrý hrot umístěný na konci pružného ramínka (tzv. cantilever), v malé vzdálenosti od zkoumaného povrchu, který se vychyluje v závislosti na působících silách. Vychýlení se většinou určuje pomocí laserového paprsku, který se odráží od reflexní části ramínka do detektoru tvořeného poziční fotodiodou. Před měřením se laserový paprsek nastaví tak, aby energie svazku dopadající na jednotlivé kvadranty fotodiody byla stejná. Ohyb ramínka při měření se projeví vychýlením paprsku, které se vyhodnocuje dle velikosti rozdílu signálu z jednotlivých kvadrantů. Existují ovšem i další metody vyhodnocování polohy hrotu – kapacitní nebo detekce diferenciálním interferometrem. Podle velikosti signálu z detektoru se obvody zpětné vazby nastavuje poloha skeneru se vzorkem (v případě skenování vzorkem) nebo hlavy se sondou (skenování hrotem). Skener, který je vyroben z piezokeramického materiálu, se podle signálu prodlouží nebo zkrátí, a tato změna délky se následně vyhodnocuje. Z principu metody vyplývá různé rozlišení ve vodorovném směru a svislém směru. Vodorovné rozlišení (většinou označované jako osy x a y) závisí na velikosti skenované plochy, rastru, rychlosti skenování a velikosti hrotu. Rozlišení ve svislém směru (např. topografie) je kromě drsnosti vzorku a vlastnostech hrotu závislé i na mechanické stabilitě mikroskopu a na charakteru interakce mezi hrotem a povrchem [2].

1.1 Sondy pro skenující rastrující mikroskopii

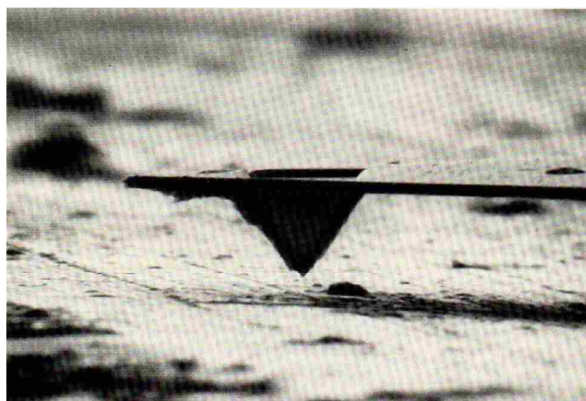
Sonda pro mikroskopii rastrující sondou se skládá z ramínka obdélníkového nebo trojúhelníkového tvaru, na jehož konci se nachází měřicí hrot. Ramínko, které slouží jako senzor působící síly, je umístěno na nosné bázi pro snadnější manipulaci. Sondy pro SPM techniky jsou nejčastěji vyráběny litografickými procesy z čistého křemíku (Si) nebo nitridu křemíku (Si_3N_4) a to především kvůli jejich mechanickým vlastnostem. Pro kvalitní měření musí ramínko splňovat následující požadavky. Musí mít vysokou rezonanční frekvenci (až 100 kHz) a malou setrvačnost, malou tuhost (10^{-3} až 10^0 N/m), musí být odolný proti zkroucení a měl by být co nejkratší, aby výchylna při měření byla co největší [2].

Tvar hrotů závisí na použité technologii výroby. Nejčastěji používané hroty jsou vyráběny z křemíku, oxidu křemíku (SiO_2) nebo nitridu křemíku (Si_3N_4) a mívají tvar symetrického čtyřbokého nebo kuželovitého jehlanu, s poloměrem křivosti menším než 30 nm. Na tyto hroty je možno nanášet další vrstvy, umožňující měření elektrických nebo magnetických vlastností. Například pro mikroskopii Kelvinovou sondou nebo pro skenující kapacitní mikroskopii je na hrotu vytvářen povlak nitridu titanu (TiN). Hroty mohou být dále tvořeny uhlíkovými nanotrubičkami (vznikají velmi ostré hroty), existují tzv. diamantové hroty, které jsou vsazeny do křemíkových ramínek, kovové hroty a mnoho dalších [3]. Při skenování velmi rovných povrchů je možné hrot zcela vynechat, sonda je pak tvořena pouze nosnou destičkou a ramínkem. Ramínko se natočí jedním rohem blíže k povrchu a slouží jako hrot [2].

Důležitými parametry hrotu je jeho ostrost a poměr stran. Poloměr křivosti se u hrotů pohybuje v rozmezí 50 nm až 1 nm, poměr stran pak v intervalu 2:1 až 7:1. První parametr souvisí s rozlišením, které je mj. určeno velikostí kontaktní plochy mezi špičkou hrotu a povrchem vzorku. Pokud se na povrchu vyskytují nerovnosti ostřejší, než je samotný hrot, dochází u všech SPM technik ke zkreslení obrazu vlivem konvoluce hrotu. Kromě toho je rozlišení závislé i na velikosti síly, kterou hrot tlačí na povrch a z toho vyplývajících mechanických deformací vzniklých nejen v hrotu, ale i v samotném materiálu. V měkkém materiálu může dojít až k zanoření hrotu do materiálu, kdy je s ním hrot v přímém kontaktu. Naproti tomu při působení stejnou silou na tvrdý povrch dojde k deformaci ramínka. Tímto lze určit tvrdost materiálu [3].



Obr. 1: Hroty pro AFM (typ NSG10)



Obr. 2: Detail hrotu [4]

1.2 Artefakty skenování

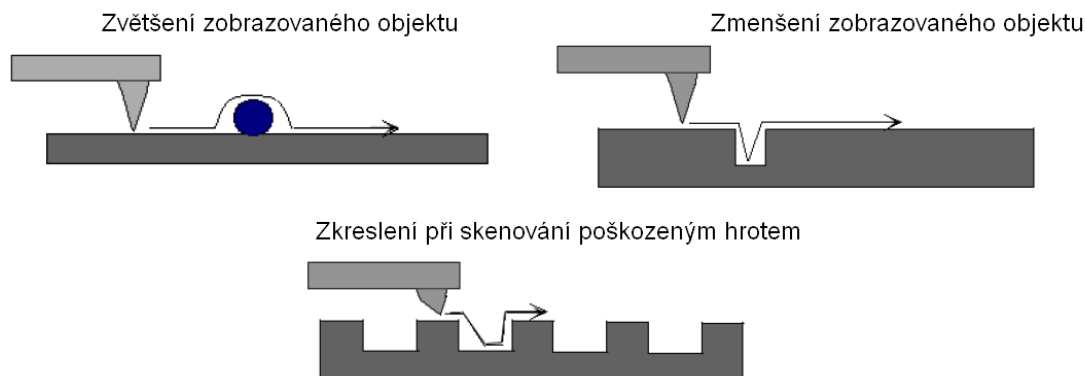
Obrázek vzniklý skenováním povrchu SPM technikou často obsahuje prvky, které ve skutečnosti vzorek neobsahuje, nebo dochází ke zkreslení přítomných prvků. Tato zkreslení se nazývají artefakty skenování (zkráceně artefakty). Artefakty mají nejčastěji svůj původ v jednom z těchto 3 prvků:

- skenující sonda,
- skener,
- vibrace [5].

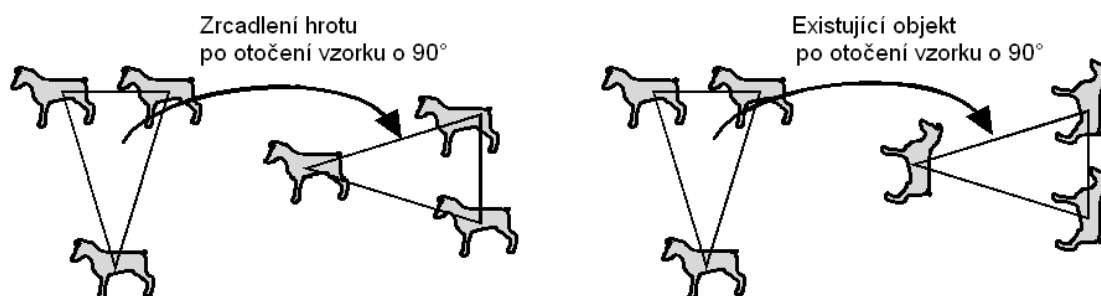
1.2.1 Zrcadlení (konvoluce) hrotu

Nejvíce artefaktů v SPM snímcích pochází z tzv. zrcadlení neboli konvoluce hrotu. Příčinou tohoto jevu je, že data každého bodu měření jsou prostorovou konvolucí (ne ve smyslu Fourierovy analýzy) tvaru hrotu a zobrazovaného objektu. Pokud je hrot mnohem menší než zobrazovaný objekt, bude zkreslení vlivem artefaktů hrotu minimální a měření na takovém snímku lze pokládat přesné. V případě, že je snímán objekt ostřejší než hrot, bude zobrazen hlavně tvar hrotu. Protože většina vzorků obsahuje útvary se strmými hranami, jedná se o velmi častý jev a pro vyvarování se zrcadlení hrotu je důležité používat vhodný tvar hrotu pro danou aplikaci (např. pro zobrazení objektů ve 100 nm rozsahu je vhodné použít hrot o průměru 10 nm). [5].

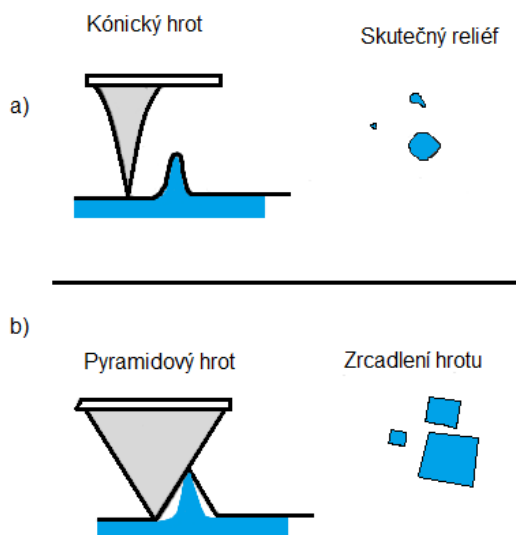
Při zrcadlení často dochází ke zvětšení nebo zmenšování zobrazovaného objektu, viz obr. 3. Pokud je skenování prováděno poškozeným hrotem (zlomený, odštípnutý), mohou se ve snímku objevit podivně tvarované objekty. Kvalitu hrotu lze nejjednodušeji ověřit skenováním známého povrchu [5].



Obr. 3: Příklady zkreslení při zrcadlení hrotu [5]



Obr. 4: Vliv zrcadlení hrotu na snímek po otočení vzorku [6]



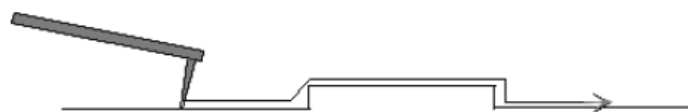
Obr. 6: Zkreslení texturovaného povrchu zrcadlením hrotu

Obr. 5: Porovnání přesného zobrazení (a) a zrcadlení hrotu (b) [6]

Vliv zrcadlení je možné zjistit pozorováním, jestli se v obraze neobjevují struktury stejného tvaru a orientace. Zdali se jedná o zrcadlení hrotu nebo o existující útvar lze zjistit skenováním pootočeného vzorku. Zrcadlený hrot zůstává ve stejné orientaci, viz obr. 4. Je-li výsledný útvar na snímku ovlivněn zrcadlením nebo ne lze zjistit i např. měřením vrcholového úhlu ve snímku. V případě, že se při měření hrot dotýkal spodní části profilu, je i při zrcadlení zachována výšková informace [6] [2].

1.2.2 Artefakty skeneru

Piezokeramické skenery se prodlužují nebo zkracují neúměrně lineárně měnícímu se napětí a objevuje se u nich i hysterezní efekt způsobený vlastním ohřevem materiálu. Ve snímku se dále mohou objevovat artefakty způsobené geometrií vzorku nebo polohováním skeneru vzhledem ke vzorku.



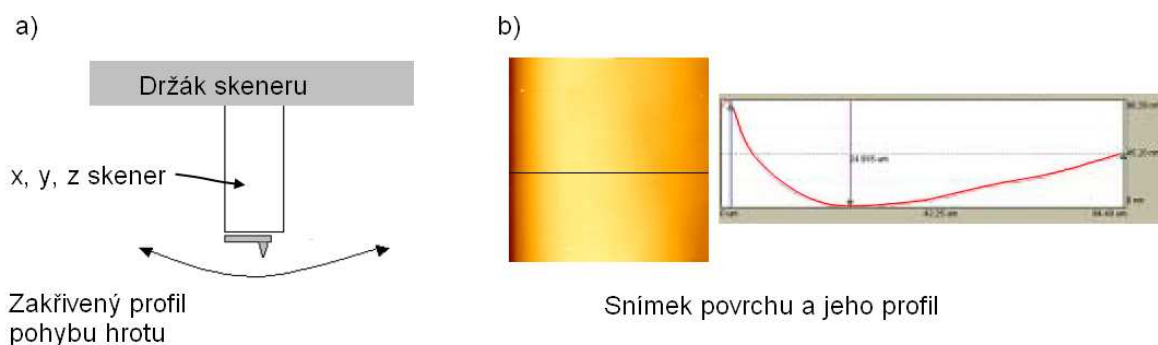
Obr. 7: Nekolmé postavení hrotu vůči vzorku [5]

Pokud je snímáný profil mnohem menší než hrot, mohou být ve výsledném obraze artefakty způsobené nekolmým postavením hrotu vůči vzorku. V ideálním případě je totiž hrot kolmý na povrch, viz obr. 7. Při skenování topografie s ostrými hranami může docházet ke zkreslení tzv. překmitem na hraně. Překmit na hraně je způsoben hysterezí piezoelektrické keramiky, která pohybuje sondou nebo vzorkem v kolmém směru. Na obr. 8 je znázorněno zkreslení profilu vlivem překmitu na náběžné a sestupné hraně objektu [5].



Obr. 8: Překmit na hraně [5]

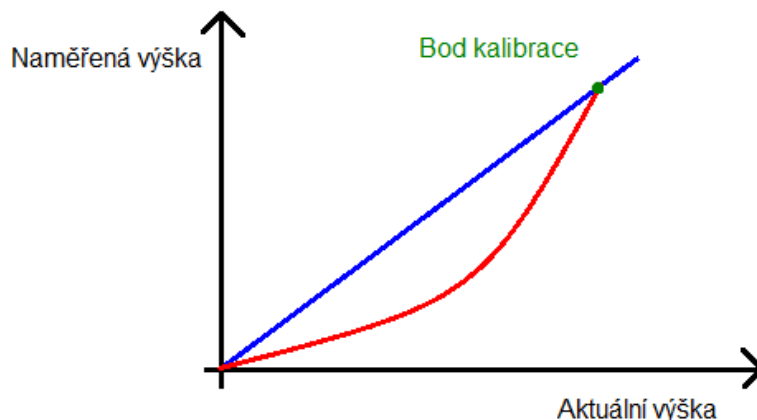
Piezoelektrické skenery pohybují vzorkem nebo sondou pomocí naklánění, výsledný pohyb je pak zakřivený (kulový nebo parabolický), což se ve snímcích projevuje tzv. prohnutím pozadí neboli efektem plachty, viz obr. 9 (toto prohnutí lze ale pozorovat i v případě nekolmého úhlu mezi vzorkem a hrotem). Často tento artefakt překrývá samotný snímání profil, v takovém případě je nutné „pozadí“ snímku od něj odečíst, tzv. levelling [5].



Obr. 9: a) profil pohybu hrotu b) snímek povrchu a jeho detail [5]

Drift zkreslující SPM snímek se objevuje z následujících důvodů: existence tepelného driftu skeneru a citlivost mikroskopu na teplotní změny. Nejčastěji se drift objevuje na začátku skenování detailu z původního snímku.

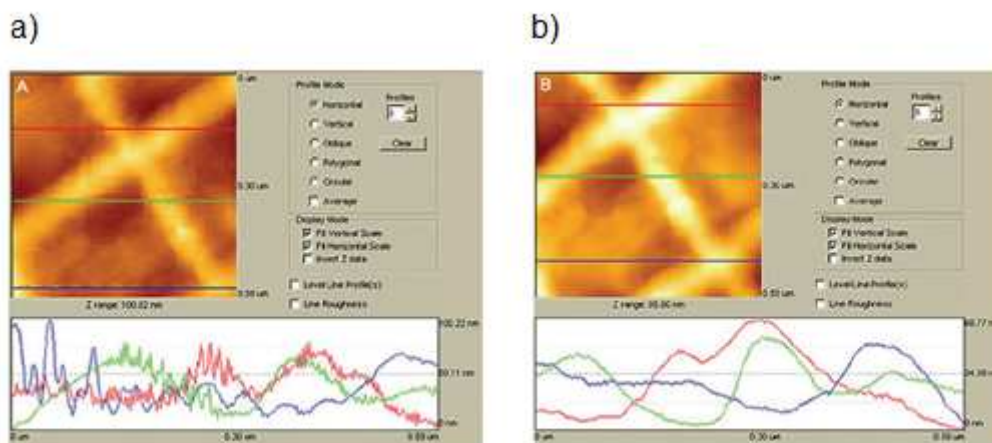
U všech mikroskopů s rastrující sondou je důležitá správná kalibrace v osách x/y a z , aby zobrazená topografie svými rozměry odpovídala skutečnosti. Přesnost měření výšky (osa z) ve snímku závisí na tom, na jakou výšku je mikroskop kalibrován. Obr. 10 znázorňuje vztah mezi aktuální a měřenou výškou. Často je kalibrace prováděna pouze v 1 bodě a závislost skeneru v ose z se předpokládá lineární (modrá čára). Ve skutečnosti je tato závislost velmi často nelineární, jak je na obrázku znázorněno červenou čarou. Měření pak kromě blízkého okolí kalibračního bodu neodpovídá skutečnosti. Pokud není pohyb skeneru lineární a ortogonální, objevují se artefakty jako zmenšení obrázku na jedné straně nebo deformace úhlů ve snímku (osy x/y) nebo v profilu [5].



Obr. 10: Zkreslení měřené výšky při kalibraci na 1 bod výšky [5]

1.2.3 Artefakty vibrací

Tyto artefakty jsou způsobeny přenosem vibrací z místnosti na ramínko sondy, které je přenáší do obrazu. Klasickým představitelem tohoto artefaktu jsou oscilace způsobené akustickými vibracemi nebo vibracemi podlahy. Podlahové vibrace mohou být vybuzeny pohybem výtahu, projíždějícími vozidly v okolí budovy nebo lidmi procházejícími kolem mikroskopu. Obvykle se projevují periodickou strukturou při skenování velmi plochých vzorků. Akustické vibrace bývají způsobeny mluvícími lidmi (smíchem), hlasitou hudbou nebo prolétávajícím letadlem. Na obr. 11 je zobrazena testovací struktura a rozdíl při skenování za a bez přítomnosti akustických vibrací. Vlevo je zobrazen snímek a měřené profily při skenování v přítomnosti vibrací, vpravo pak při skenování bez nich [5].



Obr. 11: Srovnání kvality zobrazení povrchu zjištěného a) v přítomnosti akustických vibrací a b) bez jejich přítomnosti [5]

2 Mikroskopie atomárních sil (AFM)

Metoda mikroskopie atomárních sil (*Atomic Force Microscopy*) se postupem času stala nejrozšířenější SPM metodou používanou k zobrazování povrchu vzorku. Na rozdíl od skenovací tunelové mikroskopie umožňuje zobrazovat povrchy i nevodivých materiálů a ke své funkci nepotřebuje vakuum. Pro měření jsou využívány elektromagnetické síly atomárního původu. Jejich nejčastější dělení vychází ze vzdálenosti, na niž působí:

- síly krátkého dosahu
 - o odpudivá síla vycházející z Pauliho principu,
 - o odpudivá síla vycházející z coulombovského odpuzování jader atomů,
 - o fyziosorpce,
 - o chemisorpce,
 - o plastická deformace,
 - o tření,
 - o elastické deformace.
- síly dlouhého dosahu
 - o van der Waalsovy síly,
 - o magnetické,
 - o elektrostatické [2].

Přitažlivá síla bývá nejčastěji van der Waalsova síla o velikosti v řádu 10^{-12} N s dosahem působení 1 nm až 100 nm. Kmitavý pohyb částic při teplotách vyšších než 0 K chvilkově narušuje elektrickou symetrii elektronových obalů atomů. Při tom dochází ke vzniku malých dipólů. Van der Waalsovy síly jsou anizotropní, mají slabé orientující účinky a jejich původ je ve vzájemném působení mezi permanentními nebo indukovanými dipóly přítomnými v atomech a molekulách. Jejich významnou vlastností je neaditivnost, kdy síla vznikající v přítomnosti více atomů není součtem jednotlivých párových interakcí. Z tohoto důvodu nelze dosahovat vyššího rozlišení než v řádu nanometrů. Van der Waalsovy síly jsou trojího typu – Keesomovy síly, Debyeho síly a Londonovy (disperzní) síly. Keesomovy síly (vzájemné působení permanentních dipólů) a Debyeho síly (vzájemné působení permanentního a indukovaného dipólu) působí mezi polárními molekulami. Londonovy síly vznikají mezi neutrálními molekulami a je možné je uvažovat při všech interakcích mezi materiály [7] [2][3].

Interakční potenciál $w(r)$ popisuje vzájemné působení mezi jednotlivými atomy. Velikost interakčního potenciálu výše uvedených sil lze vyjádřit následujícím vztahem:

$$w(r) = -\frac{C_T}{r^6} = \frac{C_K + C_D + C_L}{r^6} \quad (1)$$

kde $w(r)$ je interakční potenciál; C_T interakční konstanta; r nejmenší rozestup molekul. C_K , C_D a C_L jsou interakční potenciály jednotlivých složek van der Waalsovy síly – Keesomův, Debyeho a Londonův interakční potenciál. Ze vztahu vyplývá, že všechny van der Waalsovy síly klesají se šestou mocninou vzdálenosti, jejich maximální dosah je kolem 100 nm [3].

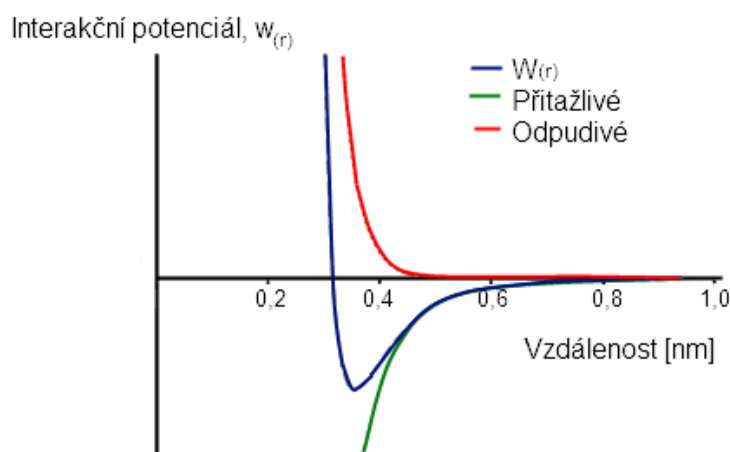
Odpudivé síly působí do vzdálenosti menší než je součet atomových poloměrů. Vznikají vzájemným působením elektronových obalů a jader atomů v protilehlých vrstvách. Vzájemné

odpuzování elektronových obalů vychází z Pauliho vylučovacího principu, podle něhož dva elektrony v systému nemohou mít shodná kvantová čísla. Při přibližování dvou atomů dochází k překrytí elektronových obalů, v důsledku čehož musí některé elektrony přejít do stavu s vyšší energií a dochází k vyvolání odpudivé síly. Současně ke vzniku odpudivých sil přispívá vzájemné coulombovské odpuzování mezi jádry atomů, která jsou tak blízko sobě, že nedochází k úplnému odstínění jejich nábojů [3][2].

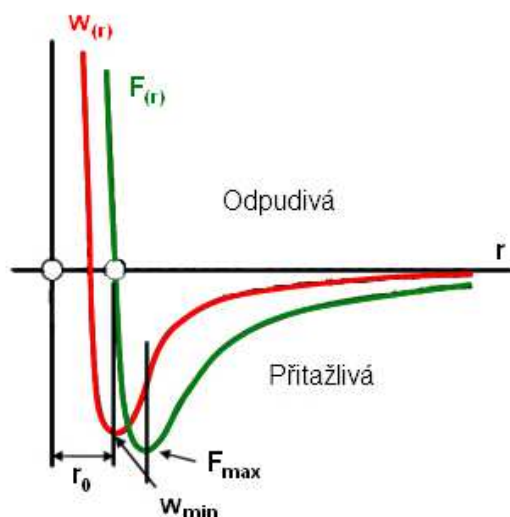
Současné působení přitažlivých van der Waalsových a odpudivých sil vzniklých v důsledku odpuzování elektronových obalů lze vyjádřit pomocí Lennard-Jonesova potenciálu, viz rovnice 2.

$$w(r) = 4 \cdot w_0 \cdot \left[\left(\frac{\sigma}{r} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{r} \right)^6 \right] = -\frac{A}{r^6} + \frac{B}{r^{12}} \quad (2)$$

kde w_0 je hloubka potenciálové jámy; σ je vzdálenost, v níž je potenciální energie nulová. A a B vyjadřuje přitažlivou, resp. odpudivou složku Lennard-Jonesova potenciálu. Na obr. 12 je znázorněn průběh Lennard-Jonesova potenciálu pro 2 na sebe působící molekuly dle vztahu 2. Ze znázornění přitažlivé a odpudivé složky je zřejmé, že při vzájemném přibližování molekul narůstá přitažlivá složka do vzdálenosti, než ji překonají odpudivé síly mezi elektronovými obaly [3].



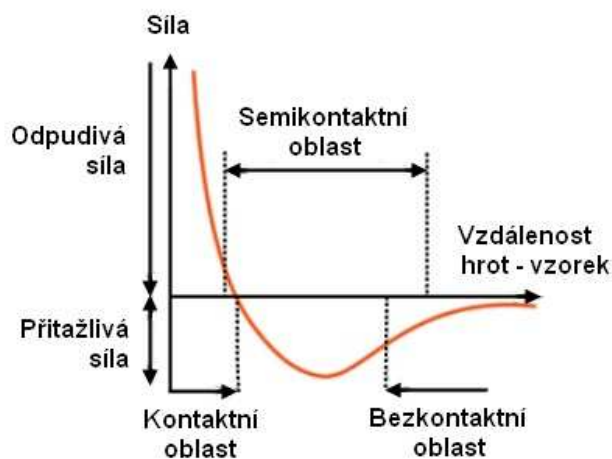
Obr. 12: Závislost Lennard-Jonesova potenciálu $w(r)$ a jeho složek na vzdálenosti mezi 2 na sebe působícími částicemi [3]



Obr. 13: Závislost Lennard-Jonesova potenciálu $w(r)$ a síly $F(r)$ na vzdálenosti mezi 2 na sebe působícími částicemi [8]

Meziatomární síla působící mezi dvojicí částic vycházející z Lennard-Jonesova potenciálu je znázorněna na obr. 13. Ve vzdálenosti r_0 interakční potenciál dosahuje svého minima, odpudivé i přitažlivé síly jsou v rovnováze a síla $F(r)$ je nulová. Nejvyšší hodnota přitažlivé síly $F_{(r)max}$ nastává v místě největší změny Lennard-Jonesova potenciálu vzhledem ke vzdálenosti částic [8].

Využitím jednotlivých interakcí lze získat různé informace o povrchu vzorku. Podle interakce, která je k měření využívána, se mikroskopie atomárních sil dělí na tzv. módy. Při kontaktním módu působí na ramínko odpudivé síly, v nekontaktním, kdy je ramínko dále od povrchu a není s ním v kontaktu, přitažlivé síly a v případě semikontaktního módu je využívána vzdálenost, kdy přitažlivé síly přecházejí v odpudivé. Podle vyhodnocovaných signálů v každém módu lze získat různé informace o vlastnostech povrchu.



Obr. 14: Závislost meziatomových sil mezi hrotem a vzorkem na jejich vzdálenosti [9]

2.1 Kontaktní mód

Při kontaktním módu, jak název napovídá, je hrot v těsném kontaktu s povrchem. Ramínko s hrotem je působením odpuzivých sil $F_{(r)}$ ohýbáno ve směru od povrchu vzorku. Velikost odpuzivé síly tak odpovídá výchylce ramínka z rovnovážné polohy a lze ji vyjádřit pomocí Hookova zákona:

$$F_{(r)} = -k \cdot \Delta z \quad (3)$$

kde k je tuhost ramínka a Δz výchylka ramínka. Tuhost ramínka musí být taková, aby působením síly došlo k jeho ohnutí, protože v opačném případě by došlo k poškození vzorku. Pro různé druhy ramínek se pohybuje mezi 10^{-2} N/m až 10^0 N/m [10].

Skenování v kontaktním režimu lze provádět 2 metodami:

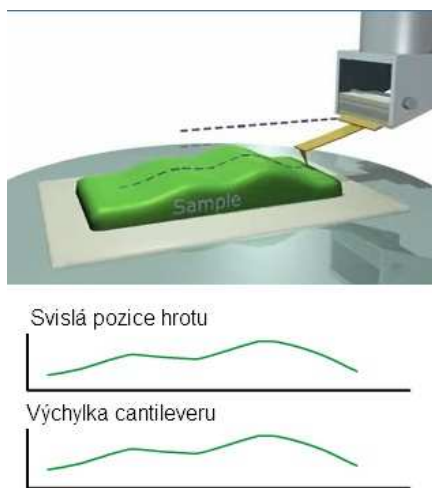
- metoda konstantní výšky,
- metoda konstantní síly [10].

Při zobrazování metodou konstantní výšky (viz obr. 15) není nijak upravována zpětnou vazbou poloha vzorku a na ramínko působí proměnlivá odpuzivá síla. Se změnou topografie se změní jeho výchylka a tím i poloha laserového paprsku a detektoru. Signál z detektoru se používá přímo pro zobrazení topografie. Vzorky připravené pro tuto metodu musí být ideálně hladké, aby nedošlo k poškození hrotu. Není to metoda vhodná ke zkoumání měkkých vzorků (polymery, biologické vzorky), neboť ty mohou být zničeny poškrábáním cantileverem [3] [10].

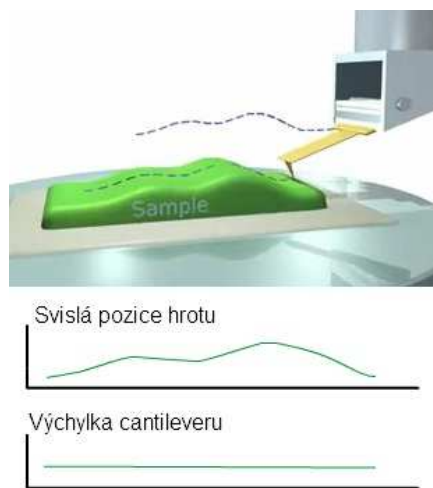
Metoda konstantní síly (viz obr. 16) je založena na udržování stále stejné hodnoty síly mezi hrotem a vzorkem a s tím související stejné výchylce ramínka. Při změně síly dojde k vychýlení ramínka, což způsobí změnu pozice laserového paprsku na detektoru. Pomocí zpětnovazebních obvodů se upraví poloha skeneru nebo skenovací hlavy tak, aby se hodnota síly vrátila na původní úroveň. Kvůli potřebě řízení pohybu ve svislé ose je pomalejší než metoda konstantní výšky. Topografie je u metody konstantní síly tvořena právě zpětnovazebním signálem [3].

Existuje ještě tzv. kombinovaná metoda, která používá zpětnou vazbu k dorovnávání pozvolných změn v topografii a ohyb ramínka pro detaily v topografii. Její výhodou je rychlejší skenování než při metodě konstantní síly, ale není tak náročná na hladkost povrchu jako metoda konstantní výšky [2].

Při skenování povrchu dochází kromě již zmíněného ohybu ramínka ve svislé ose i k jeho natáčení ve vodorovné ose v závislosti na drsnosti povrchu. Aby se odlišily oblasti s různým třením od topografického signálu, snímá se natočení ramínka při skenování v obou směrech, signály se od sebe odečtou a výsledkem je signál nesoucí pouze informaci o drsnosti povrchu. Zobrazením tzv. chybového signálu zpětné vazby při skenování konstantní silou lze zvýraznit drobné změny v topografii, které by jinak zanikly. Při použití vodivého hrotu v kontaktním režimu lze zjišťovat rozložení rezistivity na povrchu vzorku. Tato metoda se nazývá *SRI (Spreading Resistance Imaging)*. Pomocí měření konstantní silou lze změřit lokální tvrdosti povrchu – na tvrdším povrchu je výchylka ramínka větší [11].



Obr. 15: Schematické znázornění metody konstantní výšky kontaktního módu AFM [10]

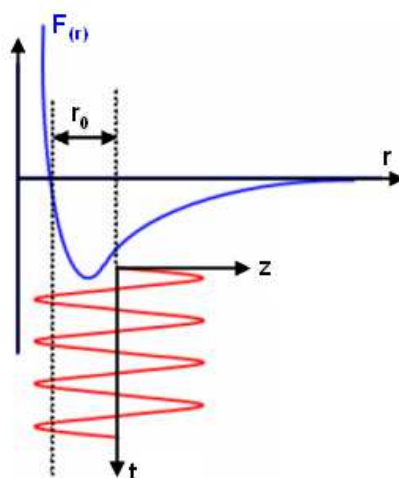


Obr. 16: Schematické znázornění metody konstantní síly kontaktního módu AFM [10]

2.2 Semikontaktní mód

V semikontaktním módu ramínko kmitá na frekvenci blízké jeho vlastní rezonanční frekvenci. Velikost rezonanční frekvence závisí na tuhosti ramínka k_0 a jeho efektivní hmotnosti m^* dle vztahu 4. Efektivní hmotnost je vypočítávána s ohledem na specifickou geometrii ramínka a hrotu [12]. Po přiblížení ke vzorku je hrot působícími silami střídavě přitahován a odpuzován a dochází ke snížení amplitudy kmitů. Amplituda kmitů ramínka, které je buzeno piezorezonátorem, se obvykle pohybuje v intervalu 10 nm až 100 nm. V dolní části kmitu se hrot dostává do kontaktu s povrchem vzorku, tj. do oblasti působení odpudivých sil. Nastavením pracovního bodu lze ovlivnit, jak moc se hrot v průběhu kmitu přiblíží k povrchu [9].

$$\omega_0 = 2 \cdot \pi \cdot f_0 = \sqrt{\frac{k_0}{m^*}} \quad (4)$$



Obr. 17: Znázornění pohybu hrotu a sil na něj působících [9]

Posun na další bod probíhá v době, kdy hrot není v kontaktu se vzorkem. Při postupném skenování povrchu se amplituda oscilací mění vždy při změně topografie. Řízením pohybu skeneru nebo skenovací hlavy ve svislé ose se udržuje amplituda oscilací na stejné úrovni, topografický signál se pak získává z posunu skeneru stejně jako u kontaktního módu [3].

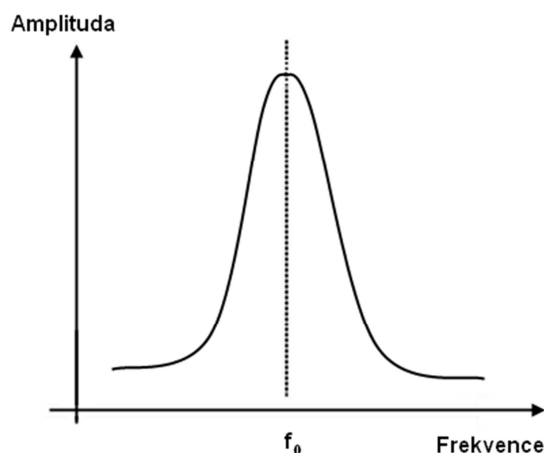
2.3 Bezkontaktní mód

Jak z názvu vyplývá, v bezkontaktním módu nedochází k přímému dotyku hrotu a vzorku. Ramínko s hrotem kmitá s amplitudou několika nanometrů ve vzdálenosti 1 nm až 10 nm od povrchu vzorku. Frekvence kmitů se volí blízko první rezonanční frekvence ramínka, bývá v rozsahu 100 kHz až 400 kHz. Při kmitání na ramínko působí slabé síly dlouhého dosahu, hlavně van der Waalsovy a elektrostatické síly, o velikosti v řádu 10^{-12} N.

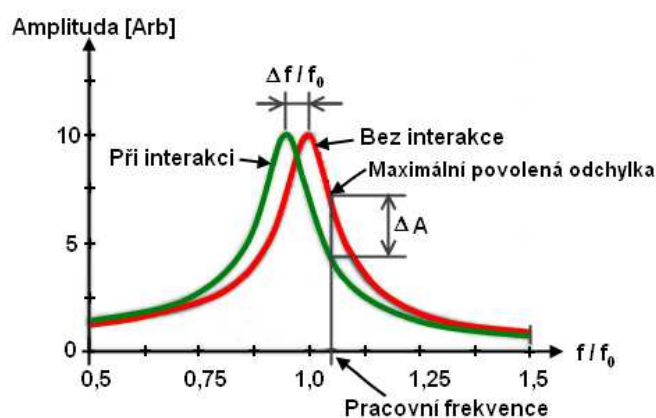
Při přibližování kmitajícího ramínka k povrchu vzorku dochází působením van der Waalsových sil ke změně tuhosti ramínka na hodnotu k_{eff} (tzv. efektivní tuhost ramínka), a tím i k posunu rezonanční frekvence f_0 na novou hodnotu f_{eff} (viz obr. 19):

$$\omega_{eff} = 2 \cdot \pi \cdot f_{eff} = 2 \cdot \pi \cdot \sqrt{\frac{k_{eff}}{m^*}} = 2 \cdot \pi \cdot f_0 \cdot \sqrt{1 - \frac{F'(r)}{k_0}} \quad (5)$$

kde f_{eff} je nová, efektivní rezonanční frekvence ramínka nominální tuhosti k_0 v přítomnosti gradientu sil $F'(r)$ vzhledem k vzorku [10].



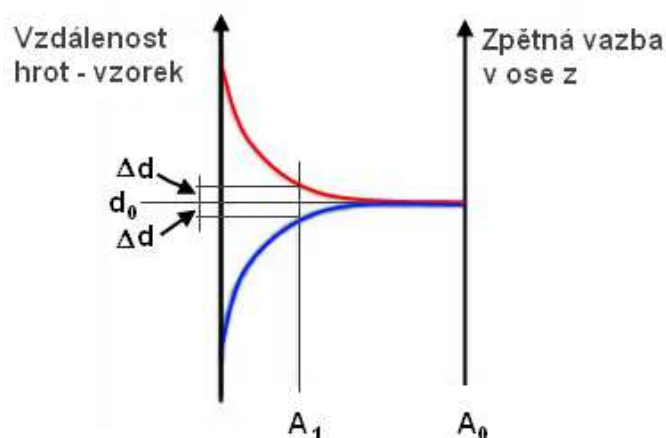
Obr. 18: Rezonanční frekvence ramínka [13]



Obr. 19: Posun rezonanční frekvence při přiblížení hrotu k povrchu vzorku [13]

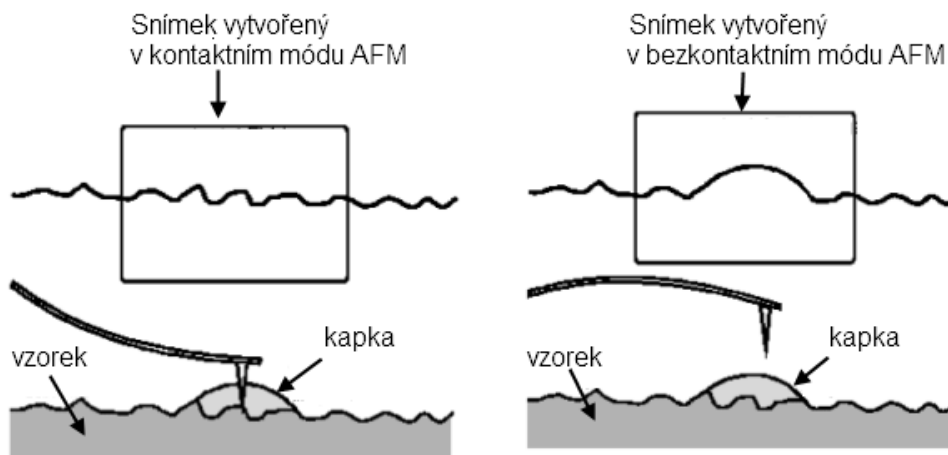
Současně se působením přitažlivých sil snižuje amplituda kmitů ramínka a vzniká fázový posun mezi jeho kmity a budící frekvencí piezorezonátoru. Změny ve velikosti amplitudy kmitů (ΔA) odpovídají změnám ve vzdálenosti hrotu a povrchu vzorku (Δr). Měření se provádí 2 způsoby – lze udržovat konstantní výšku a topografie pak odpovídá změnám ve velikosti amplitudy nebo rezonanční frekvence. Při druhém způsobu se pomocí zpětné vazby dorovnává vzdálenost mezi vzorkem a hrotem tak, aby amplituda nebo rezonanční frekvence zůstávala stejná. Na obr. 20 je znázorněn postup při udržování konstantní amplitudy – měřením změn amplitudy kmitů ΔA na rezonanční frekvenci ramínka je pomocí zpětné vazby řízena vzdálenost hrotu a povrchu vzorku Δd . Při zachování konstantní amplitudy (A_0) a

vzdálenosti (d_0) lze měřit topografii povrchu vzorku ovládáním pohybu skeneru v ose z v závislosti na změny ve frekvenci, jež jsou sledovány rychlou zpětnou vazbou. Jiný způsob vyhodnocování signálu v bezkontaktním módu spočívá ve sledování změn fázového posuvu mezi kmity ramínka a budicí frekvencí piezorezonátoru [2] [13].



Obr. 20: Změna amplitudy při přibližování hrotu k povrchu vzorku [13]

Výhodou bezkontaktního módu je, že nemůže dojít k poškození měkkého vzorku nebo jeho kontaminaci, nevýhodou že je méně přesný než semikontaktní mód. Mikroskopie Kelvinovou sondou nebo skenující kapacitní mikroskopie využívají bezkontaktního módu při tzv. druhém průchodu, kdy jsou snímány elektrostatické síly. Na obr. 21 je znázorněna další možnost využití bezkontaktního módu.



Obr. 21: Porovnání kontaktního a bezkontaktního módu AFM [6]

3 Mikroskopie Kelvinovou sondou (KPFM)

3.1 Kelvinova sonda

Kelvinova sonda je bezkontaktní, nedestruktivní zařízení pro měření výstupní práce kovových materiálů nebo kontaktního rozdílu potenciálu dielektrických a polovodivých materiálů. Při spojení dvou vodivých materiálů začnou elektrony přecházet z materiálu s nižší hodnotou výstupní práce do materiálu s vyšší výstupní prací. Po vložení těchto materiálů do deskového kondenzátoru se na jeho elektrodách vytvoří stejně velký náboj opačné polaritě, než je na povrchu vzorku. Rozdíl kontaktního potenciálu je měřen pomocí vnějšího přiloženého napětí na kondenzátor. Napětí, při kterém je náboj nulový, odpovídá hodnotě tomuto rozdílu [14].

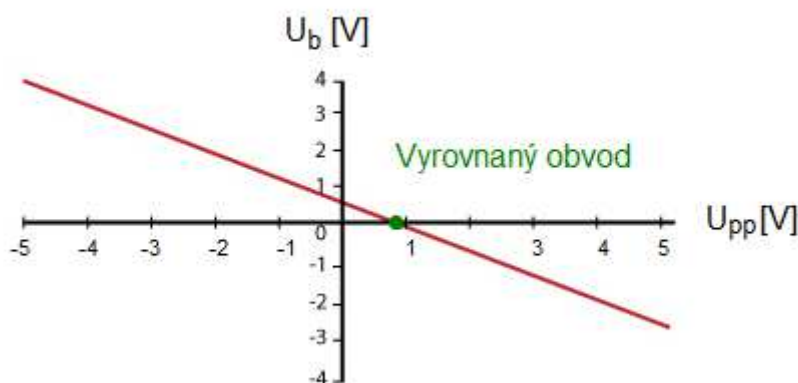
Při měření vibrační Kelvinovou sondou je vytvářen tzv. vibrační kondenzátor o kapacitě:

$$C = \frac{Q}{U} = \varepsilon \cdot \frac{A}{d} \quad (6)$$

kde C je kapacita, Q náboj, U napětí, ε permitivita, A plocha kondenzátoru a d vzdálenost mezi elektrodami. Velikost špičkového napětí U_{PP} je dána

$$U_{PP} = (\Delta U - U_b) \cdot R \cdot C_0 \cdot \omega \cdot e \cdot \sin(\omega \cdot t + \varphi) \quad (7)$$

kde ΔU je rozdíl napětí mezi vzorkem a hrotem, U_b je externě připojené napětí pro vyrovnaní (nebo „vynulování“) obvodu, R je odpor zpětné vazby I/U převodníku, C_0 je kapacita Kelvinovy sondy, ω úhlová frekvence kmitů, φ je velikost fázového posunu. Na obr. 22 je znázorněna závislost výstupního špičkového napětí U_{PP} na vyrovnávajícím napětí U_b , z něhož je zřejmé že při nulové hodnotě špičkového napětí $U_{PP} = 0$ V odpovídá výstupní práce resp. rozdíl kontaktního potenciálu opačné hodnotě U_b [15].



Obr. 22: Závislost výstupního špičkového napětí U_{PP} na vyrovnávajícím napětí U_b [15]

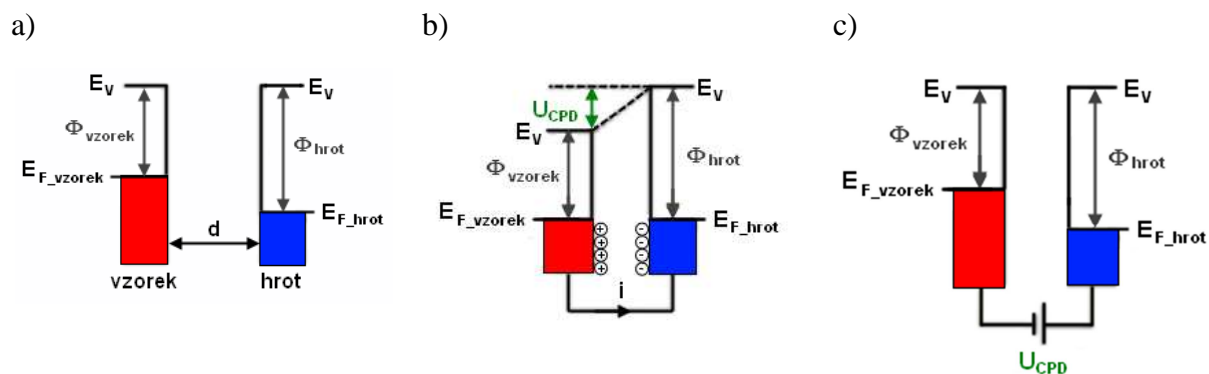
3.2 Princip KPFM

Mikroskopie Kelvinovou sondou (*Kelvin Probe Force Microscopy*) je spojením technik bezkontaktní mikroskopie atomárních sil a Kelvinovy sondy. Umožňuje měřit lokální rozdíl potenciálu mezi vodivým hrotem a vzorkem, čehož se využívá při měření výstupní práce nebo povrchového potenciálu materiálu. Měření kontaktního rozdílu potenciálu (U_{CPD} – *Contact Potential Difference*) je u KPFM silně ovlivněno silami s krátkým dosahem mezi hrotem a vzorkem. Kontaktní rozdíl potenciálu spojený s těmito silami se nazývá lokální kontaktní rozdíl potenciálu (U_{LCPD} – *Local Contact Potential Difference*). Kontaktní rozdíl potenciálu mezi vzorkem a hrotem je definovaný jako:

$$U_{CPD} = \frac{\Phi_{hrot} - \Phi_{vzorek}}{-e} \quad (8)$$

kde Φ_{hrot} a Φ_{vzorek} jsou hodnoty výstupní práce hrotu a vzorku a e je elementární náboj [16].

Pokud se hrot přiblíží k povrchu, způsobí rozdílné hladiny Fermiho energií mezi nimi vznik elektrické síly. Na obr. 23 a) jsou znázorněny energetické hladiny hrotu a vzorku ve vzdálenosti d od sebe, pokud nejsou elektricky spojeni. Pokud se hrot a vzorek sobě dostatečně přiblíží, začnou elektrony tunelovat skrz a Fermiho hladiny se sobě přiblíží. Při elektrickém kontaktu se Fermiho hladiny zcela vyrovnají, systém dosáhne rovnovážného stavu, viz obr. 23 b). Hrot a vzorek se elektricky nabijí, objeví se mezi nimi zdánlivý potenciál U_{CPD} . Tuto sílu lze kompenzovat přiložením vnějšího stejnosměrného napětí U_{DC} , stejné velikosti ale obrácené polarity vůči U_{CPD} , které vykompenzuje elektrický náboj na povrchu, viz obr. 23 c). Tato velikost napětí U_{DC} odpovídá rozdílu výstupních prací mezi hrotem a vzorkem. Pokud je tedy známa výstupní práce pro hrot, lze vypočítat výstupní práci vzorku [16].



E_v = energetická hladina vakua, E_{F_vzorek} a E_{F_hrot} = Fermiho hladina vzorku resp. hrotu

Obr. 23: Princip funkce Kelvinovy sondy [16]

Pro přímé měření výstupní práce vzorku je mezi hrot a vzorek přivedeno navíc i střídavé napětí U_{AC} . Střídavé napětí vytváří proměnlivé elektrostatické síly mezi hrotem a vzorkem, zatímco stejnosměrná složka U_{DC} kompenzuje proměnlivé síly mající původ v kontaktním rozdílu potenciálu mezi nimi.

Elektrostatická síla F_{es} mezi hrotem a vzorkem je dána:

$$F_{es}(r) = -\frac{1}{2} \cdot \Delta U^2 \cdot \frac{dC(r)}{dr} \quad (9)$$

kde r je směr kolmý k povrchu vzorku, ΔU^2 je rozdíl potenciálu mezi U_{CPD} a napětím přiloženým na hrot a dC/dr je gradient kapacity mezi hrotem a povrchem vzorku.

Napěťový rozdíl ΔU s přiloženým stejnosměrným i střídavým napětím je:

$$\Delta U = U_{hrot} \pm U_{CPD} = (U_{DC} \pm U_{CPD}) + U_{AC} \cdot \sin(\omega t) \quad (10)$$

kde znaménko \pm se mění podle toho, zda je napětí U_{DC} přivedeno na vzorek (+) nebo na hrot (-). Nahrazením ΔU ve vztahu 9 vyjádřením z rovnice 10 vznikne výraz popisující elektrostatickou sílu působící na hrot, viz následující vztah [16].

$$F_{es}(r, t) = -\frac{1}{2} \cdot \frac{dC(r)}{dr} \cdot [(U_{DC} \pm U_{CPD}) + U_{AC} \cdot \sin(\omega t)]^2 \quad (11)$$

Tuto elektrostatickou sílu lze rozdělit do 3 složek, na stejnosměrnou složku síly (F_{DC}) a dvě střídavé složky lišící se úhlovou frekvencí (F_{ω} a $F_{2\omega}$).

$$F_{es}(r, t) = F_{DC} + F_{\omega} + F_{2\omega} \quad (12)$$

$$F_{DC} = -\frac{dC(r)}{dr} \cdot \left[\frac{1}{2} \cdot (U_{DC} \pm U_{CPD})^2 \right] \quad (13)$$

$$F_{\omega} = -\frac{dC(r)}{dr} \cdot (U_{DC} \pm U_{CPD}) \cdot U_{AC} \cdot \sin(\omega t) \quad (14)$$

$$F_{2\omega} = \frac{dC(r)}{dr} \cdot \frac{1}{4} \cdot U_{AC}^2 [\cos(2\omega t) - 1] \quad (15)$$

Složka F_{DC} odpovídá statickému odrazu paprsku od povrchu a používá se pro zjištění topografie. Složka F_{ω} o úhlové frekvenci ω se využívá pro měření U_{CPD} a složka $F_{2\omega}$ při skenující kapacitní mikroskopii (viz kapitola

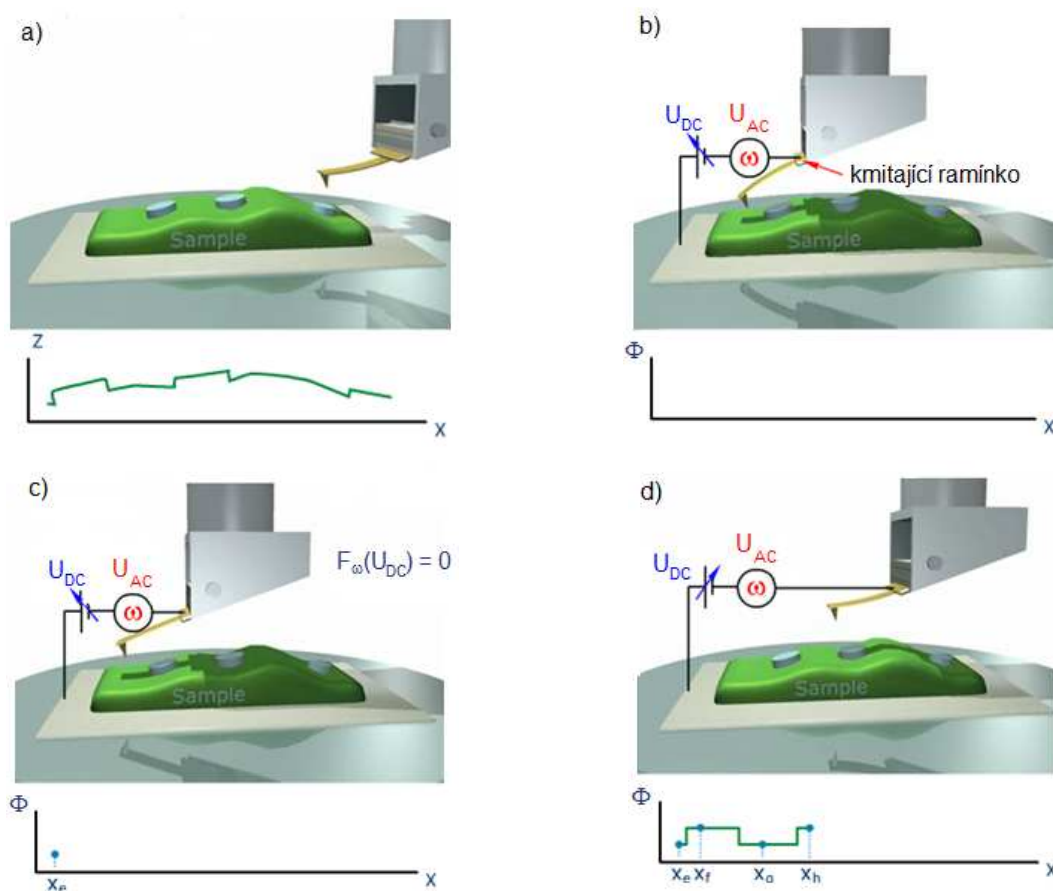
KPFM má dva hlavní pracovní módy, z nichž jeden je založen na amplitudové modulaci a druhý na frekvenční modulaci. Při amplitudové modulaci je řízeno přiložené stejnosměrné napětí tak, aby amplituda indukovaných kmitů na úhlové frekvenci ω byla nulová. V módu frekvenční modulace se minimalizuje frekvenční posuv Δf_0 . Rozdíl mezi nimi je

v maximálním topografickém a energetickém rozlišení. Při frekvenční modulaci lze pozorovat topografii vzorku s rozlišením menším než nanometry (závisí na špičatosti hrotu), zatímco v módu amplitudové modulace je udáváno maximální rozlišení 25 nm. Menší rozlišení už je silně závislé na povrchu vzorku. Energetické rozlišení je však u módu s amplitudovou modulací vyšší – až 5 meV, při pozorování módu s frekvenční modulací se maximální rozlišení pohybuje v intervalu 10 až 20 meV [12] [16].

3.2.1 Mód amplitudové modulace

V amplitudovém módu je měřena amplituda kmitů ramínka při frekvenci f_ω , které jsou vybudeny působící elektrostatičnou silou F_ω a jsou jí tak přímo úměrné. Měření amplitudy probíhá stejným způsobem jako v případě AFM. Ze vztahu 14 je zřejmé, že síla F_ω a jí odpovídající signál lze minimalizovat řízením napětí U_{DC} a to tak, aby odpovídalo hodnotě U_{CPD} . Záznamem U_{DC} při měření topografie tak lze snadno vytvořit i obraz U_{CPD} , proto je tato metoda často využívána v praxi [12].

Zvolení frekvence napětí U_{AC} blízko nebo přímo na rezonanční frekvenci ramínka se využívá při dvouprůchodovém skenování, viz obr. 24. Při tzv. prvním průchodu je semikontaktní (kontaktní) AFM určena topografie vzorku (a). Po návratu do výchozího bodu se pozice ramínka posune o definovanou vzdálenost nad povrch a na ramínko se připojí střídavé napětí U_{AC} , které jej rozkmitá (b). Změnou velikosti připojeného stejnosměrného napětí U_{DC} je nalezena taková jeho hodnota, že kmity ramínka jsou nulové. V tom okamžiku napětí U_{DC} odpovídá U_{CPD} (c). Následuje posun hrotu na další místo a opakování měření (d).



Obr. 24: Průběh měření KPFM v módu amplitudové modulace [10]

Jiná metoda umožňující současné měření topografie a U_{CPD} využívá první i druhou rezonanční frekvenci ramínka. Kmity ramínka na vlastní rezonanční frekvenci jsou vybuzeny mechanicky pomocí piezorezonátoru a jsou využívány pro měření topografie. Přiložené napětí U_{AC} s frekvencí odpovídající druhému rezonančnímu kmitočtu současně vybudí elektrostatické kmity, pomocí nichž je měřeno U_{CPD} [12].

3.2.2 Mód frekvenční modulace

Mikroskopie Kelvinovou sondou založená na frekvenční modulaci využívá modulace elektrostatických sil vlivem přiloženého střídavého napětí. To má za důsledek změnu frekvence kmitů o Δf_0 oproti původní frekvenci f_{AC} přiloženého střídavého napětí U_{AC} , které jsou detekovány pomocí „Lock-In“ zesilovače naladěného na frekvenci f_{AC} . Výstupní signál je úměrný gradientu elektrostatických sil.

4 Výroba křemíkových solárních článků

I přes prudký vývoj velkého množství materiálů používaných ve fotovoltaice je pro výrobu solárních článků stále nejvíce používán krystalický křemík. Jeho výhodou nejsou jen dobré elektronické vlastnosti, ale především dokonalá znalost materiálu a zvládnutá technologie jeho zpracování.

V následující části práce je obecný přehled fotovoltaických technologií používaných ve výrobě monokrystalických a multikrystalických solárních článků, kde jsou v náležité posloupnosti vysvětleny jednotlivé kroky výroby krystalického křemíkového solárního článku od čisté křemíkové desky až po finální produkt určený pro kategorizaci a třídění, po kterém jsou články laminovány do celků jako solární panely.

4.1 Úprava základního materiálu

Základním materiálem pro výrobu krystalických solárních článků je velmi čistý křemík (99,9999999%) s určitým typem vodivosti, častěji vodivosti typu P. Základní materiál pro monokrystalické články se nejčastěji vyrábí Czochralského metodou tažením ingotu z křemenného kelímku. Dalším používaným materiálem je multikrystalický křemík, používaný hlavně pro svou nižší cenu v porovnání s cenou materiálu vyrobeného Czochralského metodou. Multikrystalický křemík se skládá z jednotlivých zrn různé orientace, na jejichž hranách se nacházejí rekombinační centra, snižující dobu života minoritních nosičů a tím i kvalitu materiálu. Velikost jednotlivých zrn bývá několik mm, což umožňuje spojení přední i zadní strany článku prostřednictvím jednoho zrna. Tímto způsobem se snižují rekombinační ztráty na hranách zrn. Multikrystalický křemík lze připravit metodou přímého tuhnutí, litím do kelímku nebo elektromagnetickým polokontinuálním litím [17][18].

Požadovaného typu vodivosti se dosahuje přidáním legujících prvků do vsázky, nejčastěji fosforu (typ N) nebo bóru (typ P). Dalšími možnými příměsemi jsou arsen a antimon. Koncentrace dopantů ve výsledném produktu je určena jejich koncentrací ve vsádce a hodnotami rozdělovacích koeficientů [18].

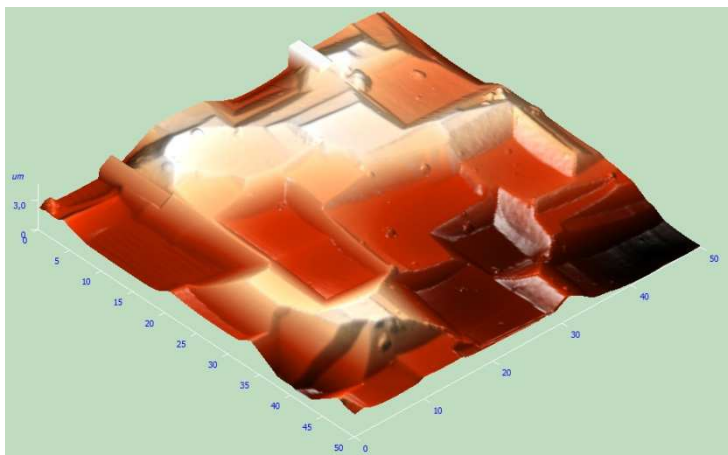
Odlisný tvar monokrystalických a multikrystalických článků vzniká při prvním řezání materiálu, kdy se desky multikrystalického křemíku rozřežou na cihly se čtvercovým profilem, zatímco tažené ingoty se seříznou do tvaru tzv. pseudočtverce. Rozřezávání na jednotlivé substráty (wafery) o tloušťce 100 až 350 μm se nejčastěji provádí na drátové řezačce, méně často kotoučovou pilou. Orientace krystalografických rovin substrátu bývá [100] kvůli texturování povrchu.

Desky z jednoho ingotu jsou rozděleny do tzv. sad po 25 kusech. Při výrobě fotovoltaických článků se zpracovává několik sad z jednoho ingotu najednou. To umožňuje provádět náročnější nebo destruktivní testy na několika málo deskách a předpokládat, že ostatní desky mají stejné nebo minimálně odlišné parametry.

4.2 Leptání poškozené vrstvy

Povrch substrátu po řezání je nevhodný pro další výrobu, protože nemá jednotnou tloušťku, obsahuje velké množství nečistot (zvyšují povrchovou rekombinační rychlost) a defektů, které mohou způsobit lámání článků při další výrobě. Pro zušlechtní povrchu následuje odleptání cca 5 až 10 μm z obou stran desky (při řezání na drátové řezačce) v kyselé nebo zásadité leptací lázni. Pokud byly desky řezány kotoučovou pilou, může být tloušťka pohmožděné vrstvy až 30 μm . Z důvodu snadnější likvidace odpadů, se v praxi častěji používají zásadité

leptací roztoky hydroxidu draselného (KOH) nebo hydroxidu sodného (NaOH). Teplota leptací lázně se pohybuje v intervalu 80°C – 90°C a proces sleptávání trvá cca 15 minut. Kyselé roztoky jsou tvořeny směsí kyseliny dusičné (HNO₃), kyseliny fluorovodíkové (HF) a kyseliny octové (CH₃COOH). Při leptání křemíku v těchto sloučeninách probíhá souběžně proces oxidace a rozpouštění produktu oxidace. Jejich vzájemný poměr určuje, zdali půjde o izotropní nebo anizotropní leptání. Pro odstranění zhmožděné vrstvy se využívá izotropní leptání, anizotropní se využívá v dalším procesním kroku – texturaci povrchu[19] [20].



Obr. 25: Povrch monokrystalického substrátu po leptání pohmožděné vrstvy v roztoku KOH

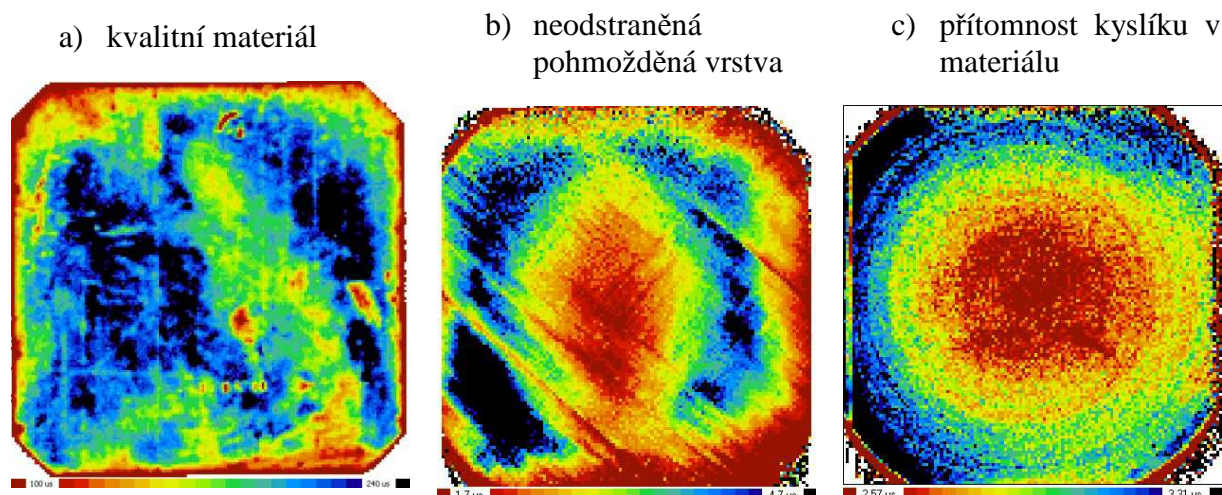
Po sleptání poškozené vrstvy je prováděno měření základních parametrů materiálu – tloušťky desky, vrstevného odporu substrátu R_{SHS} a doby života minoritních nosičů τ_{eff} . Tloušťka desky se měří najednou na 5 místech, k měření vrstevného odporu se používá čtyřbodová metoda. Doba života se zjišťuje pomocí rozkladu fotovodivosti měřené mikrovlnným zářením – tzv. μ -PCD (*Microwave Photoconductive Decay*) s chemickou pasivací, která nahrazuje skutečnou pasivaci vytvořenou při výrobě.

Měření na μ -PCD je založeno na optickém vybuzení nosičů a detekci změny vodivosti pomocí mikrovlnného záření. Při pulzním ozařování substrátu laserem dochází v daném místě ke generaci volných párů elektron-díra. Protože používané záření o vlnové délce $\lambda = 904$ nm proniká v křemíku do hloubky cca 30 μ m, probíhá generace nosičů pouze v blízkosti ozářeného povrchu. Po vypnutí laseru se v polovodiči začne ustalovat termodynamická rovnováha, elektrony a díry spolu rekombinují, což vede ke snižování vodivosti. Změnu vodivosti lze měřit pomocí odrazivosti mikrovlnného záření, která závisí na vodivosti materiálu. Změřená doba života charakterizuje celý rekombinační proces, skládající se z povrchové a objemové rekombinace. Povrchová rekombinace se potlačuje při výrobě vytvářením tzv. pasivační vrstvy, která ale v tomto okamžiku ještě není vytvořena, proto se povrch pasivuje chemickou cestou. Na obr. 26 jsou snímky z μ -PCD po sleptání pohmožděné vrstvy [21].

Vodivost substrátu se zjišťuje pomocí vrstevného odporu, který se měří na automatizovaném pracovišti čtyřbodovou metodou. Při měření jsou na substrát přitlačeny 4 hroty. Vnější hroty slouží jako proudový zdroj, na vnitřních hrotech se snímá napětí. Hodnota vrstevného odporu se vypočítává dle vztahu 16. Měření probíhá postupně na více místech desky, výsledkem měření pak není pouze velikost R_{SHS} , ale i informace o jeho homogenitě.

$$R_{SH} = \frac{U}{I} \cdot k_{cf} \left[\frac{\Omega}{\blacksquare} \right] \quad (16)$$

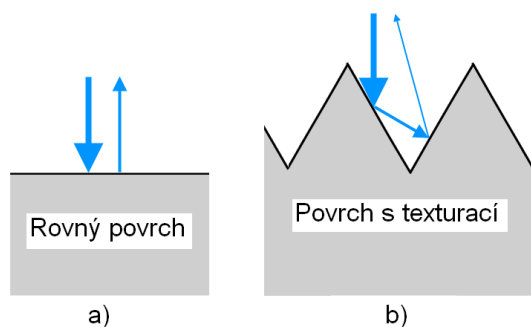
kde U je zjištěné napětí, I je velikost proudu a k_{cf} je korekční faktor závislý na rozteči hrotů, tloušťce substrátu a vzdálenosti sondy od okraje substrátu [18].



Obr. 26: Zobrazení defektů pomocí doby života nosičů

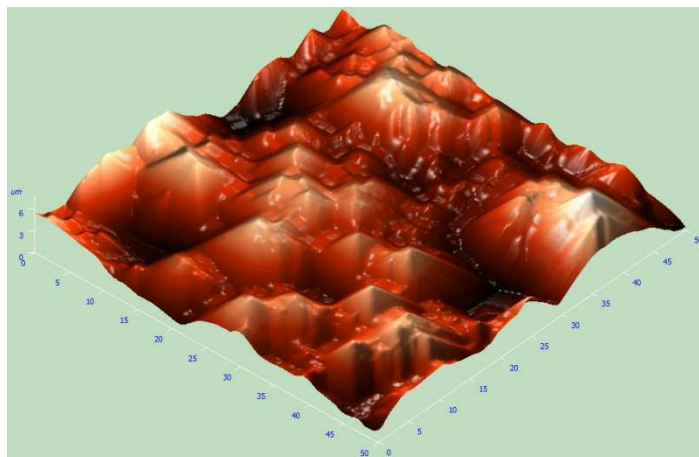
4.3 Texturace

Po sleptání poškozené vrstvy je povrch desek hladký, lesklý a se od něj více jak 35 % dopadajícího světla. Texturace povrchu se provádí pro snížení odrazu dopadajícího záření (méně než 10 % dopadajícího záření) a tím zlepšení celkového výkonu. Funkce textury je ukázána na obr. 27. V anglické literatuře se nazývá light-trapping, což lze volně přeložit jako pasti na světlo. Dopadne-li paprsek záření na rozhraní vzduch-křemík, část se ho absorbuje a část odrazí. U praveného povrchu je pak velká pravděpodobnost, že se zbylá část paprsku neodrazí do volného prostoru, ale opět na povrch křemíku, kde se z něj opět část absorbuje [22].

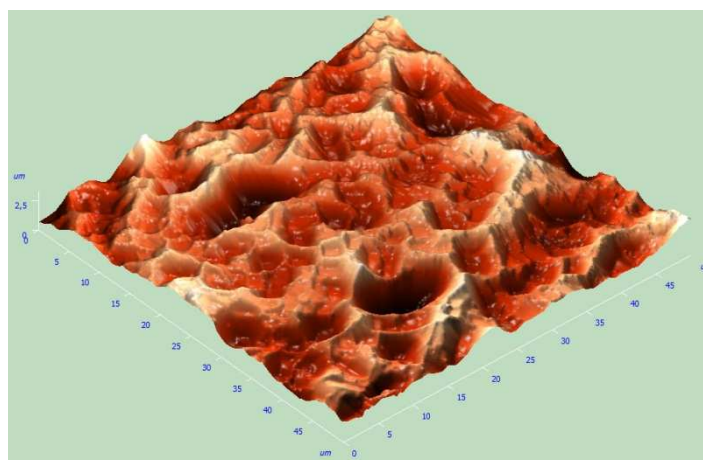


Obr. 27: Schematické znázornění účinnosti zachycení záření u rovného povrchu (a) a u povrchu s texturou (b)

Princip anizotropního leptání není pro kyselý a zásaditý proces totožný. Oba zásadité roztoky jsou standardně anizotropní. Rychlost leptání u nich závisí na krystalografické orientaci materiálu – na hustotě atomů ve směru leptání. Ve směru [100] je leptání rychlejší než ve směru [111], v němž je hustota atomů vyšší. V důsledku těchto rozdílných rychlostí leptání vznikají na povrchu typické pyramidy. Při kyselém leptání funguje HNO_3 jako oxidant a HF rozpouští produkty oxidace, rychlost oxidace a rozpouštění závisí na přesném složení směsi a její teplotě. V případě vysokého zastoupení HF ve směsi jsou reakce limitovány procesem oxidace, který ale závisí na krystalografické orientaci – výsledkem je izotropní leptání. V druhém případě je limitem rozpouštění produktů oxidace a leptání je izotropní. Po texturaci je nutné neutralizovat zbytky leptadel a odstranit případné nečistoty [20].



Obr. 28: Povrch po texturaci v zásadité lázni



Obr. 29: Povrch po texturaci v kyselé lázni

Po vytvoření textury a mytí desek po vytvoření textury se opět u vybraných desek změřila doba života nosičů τ_{eff} na $\mu\text{-PCD}$ (s chemickou pasivací) a provedla vizuální kontrola kvality texturace na mikroskopu. Zde lze nalézt velkou oblast využití jedné z SPM technik, a to mikroskopie atomárních sil pro zobrazení topografie povrchu. Na rozdíl od zobrazení povrchu klasickým mikroskopem je zobrazení z AFM podrobnější a na snímcích lze provádět měření hloubky leptání, velikosti pyramid nebo lze vyhodnotit homogenitu textury.

4.4 Difúze

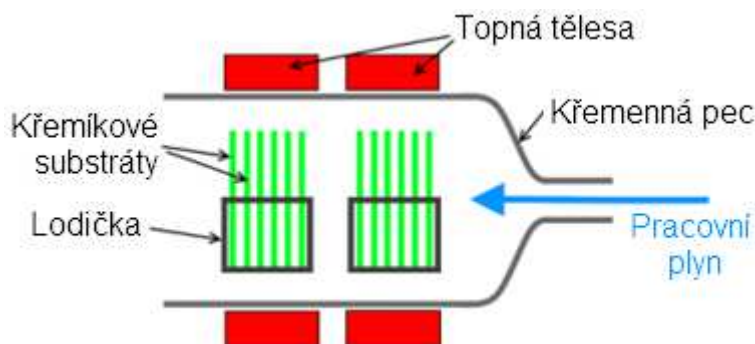
Následujícím procesem při výrobě je vytvoření tenké vrstvy ($< 1 \mu\text{m}$) opačné vodivosti, než je substrát (nejčastěji vytvoření N typové vrstvy na substrátu vodivosti typu P). Možnosti vytvoření této vrstvy jsou následující:

- přímé spojení křemíku vodivosti typu N s P-typovým,
- implantace atomů opačné vodivosti do substrátu,
- vysokoteplotní difúze atomů opačné vodivosti do substrátu [20].

Nejvíce používaným způsobem je vysokoteplotní difúze, která je ve srovnání s implantací mnohem levnější a oproti přímému spojování vytváří kvalitnější PN přechod. Při vysokoteplotní difúzi dochází k přemísťování částic z oblasti s vyšší koncentrací do oblasti s koncentrací nižší, proto umístění P-typového substrátu do prostředí s vysokou koncentrací pětimocných atomů (nejčastěji fosforu) způsobí jejich difúzi do materiálu. Pro vytvoření vrstvy typu P se používá difúze boru. Důležitým parametrem difúzního procesu je teplota, neboť na ní závisí difuzivita atomů příměsí. Difuzivita kovů, jejichž přítomnost v materiálu je nežádoucí, je mnohem větší než difuzivita dopantů, proto je při difúzi vyžadována co největší čistota. Difúzi lze provádět z plynné nebo pevné fáze [20].

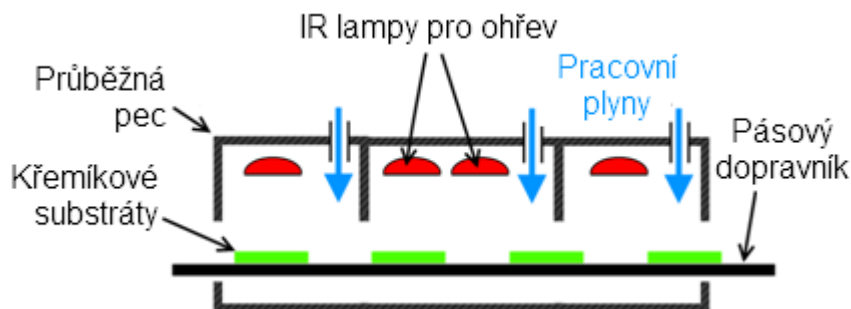
Proces difúze z plynné fáze lze rozdělit na předdifúzi a rozdifundování. Při předdifúzi se reaktor sytí zdrojovým plynem, následuje chemická reakce produkující dopant v atomární formě a tyto atomy pak difundují do objemu substrátu. Proces předdifúze lze připodobnit difúzi z nekonečného zdroje. Při rozdifundování již neprobíhá sycení zdrojovým plynem a příměs obsažená v tenké povrchové vrstvě difunduje dále do objemu [18].

Difúze fosforu z plynné fáze se provádí v křemenných pecích při teplotách 800°C až 1100°C , kam je vháněn plyn obsahující fosfor. V současnosti se nejvíce používá trichlorid fosforu (POCl_3) s dusíkem jako nosným plynem a kyslíkem. Dalším, mnohem méně používaným plynem pro difúzi fosforu, je fosfin (PH_3). Při předdifúzi dochází při vysokých teplotách (800°C) k reakci POCl_3 s kyslíkem (vzniká oxid fosforečný P_2O_5) a zároveň i k oxidaci povrchu křemíku. Oxid fosforečný se mísí s oxidem křemičitým a na povrchu vzniká fosforo-silikátové sklo (PSG – *Phosphorous Silicate Glass*). Výsledkem je mělká a vysoká úroveň difúze. Následně probíhá rozdifundování při teplotách 1000°C až 1100°C pro vytvoření přechodu v požadované hloubce. Při výrobě solárních článků stačí vytvořit vrstvu s opačnou vodivostí pouze na jedné straně, proto lze využít tzv. back-to-back uspořádání (tj. zády k sobě) substrátů v lodičce [23] [20].



Obr. 30: Křemíková pec pro difúzi

Při difúzi v průběžných pecích se na povrch substrátu nanese pasta obsahující fosforové částice a nechá se vysušit. Poté jsou desky přemístěny na dopravník pece a probíhá samotný výpal. V první části procesu dochází při teplotě cca 600°C k vypálení organických sloučenin z pasty. V následujícím kroku probíhá při teplotě kolem 950°C difúze a poté chlazení. Jako zdroj tepla se častěji používají infračervené záření, existují však i pece s odporovým ohřevem. Při tomto procesu dochází kromě difúze na požadované straně i k difúzi okrajů vzniklými plyny [19].



Obr. 31: Průběžná pec pro difúzi

Pokud byla na desce provedena oboustranná difúze, lze změřit dobu života minoritních nosičů τ_{eff} bez potřeby chemické pasivace. Ta je zajištěna přítomností PSG na povrchu článku. Současně s texturovanými deskami se do lodičky pro difúzi zakládají i leštěné desky, na nichž se pomocí laserového elipsometru měří tloušťka deponované vrstvy. Jedná se o nedestruktivní metodu založenou na rozdílných optických vlastnostech mezi nanesenou vrstvou a podkladovým substrátem [18].

Tloušťku deponované vrstvy lze změřit i pomocí mikroskopie Kelvinovou sondou, neboť difúzí vytvořená vrstva má jiné elektrické vlastnosti než substrát. Protože je to metoda zjišťující pouze povrchové vlastnosti, je nutné nejprve vytvořit kolmý výbrus článku, který lze kontaktovat. Současně se pak nabízí využití KPFM k měření koncentračního profilu vrstvy.

Protože pro další zpracování je přítomnost PSG nežádoucí, následuje jeho odstranění leptáním v kyselině fluorovodíkové. Následuje bezkontaktní měření vrstvého odporu difúzní vrstvy R_{SHD} , realizované na μ -PCD. Hodnota vrstvého odporu po difúzi fosforu bývá v rozsahu 50 až 60 Ω/\square .

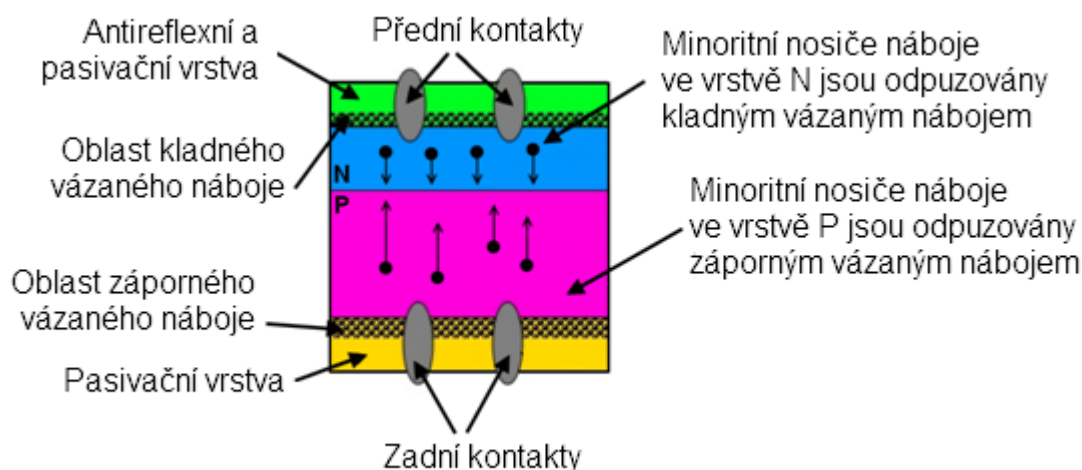
4.5 Nanesení antireflexní a pasivační vrstvy

Antireflexní vrstva (ARC – *Anti-Reflective Coating*) je tenká vrstva na povrchu článku snižující spolu s texturou odrazivost od přední strany článku. Při optimální tloušťce ARC vrstvy je nejmenší odrazivost pro záření s vlnovou délkou $\lambda = 600$ nm. Tloušťka vrstvy d_{ARC} je tedy určena následujícím vztahem:

$$d_{ARC} = \frac{\lambda}{4 \cdot n} \quad (17)$$

kde n je index lomu vrstvy. Pro nulovou odrazivost záření o vlnové délce 600 nm je index lomu ARC vrstvy $n = 2,4$ [19].

Důvodem pasivace povrchu je omezení vzniku rekombinačních center, kde dochází k zániku volných nosičů náboje. Rekombinační centra bývají atomy či molekuly různých látek, které se naváží na volné vazby křemíku a pokud nemají plně obsazený valenční pás, vznikají výše zmíněná rekombinační centra. Vázané náboje vhodné polarity v pasivační vrstvě napomáhají dalšímu snížení povrchové rekombinační rychlosti – tzv. BSF (*Back Surface Field*) efekt. Někdy se rozlišuje, zda se jedná o efekt spojený s pasivací přední strany FSF (*Front Surface Field*) efekt a pasivací zadní strany (*Back Surface Field*) efekt. Vázaný náboj ve vrstvě vytváří elektrické pole, které odpuzuje minoritní nosiče zpět do objemu substrátu. Nedochází tak k jejich rekombinaci na povrchu. Kladný náboj v pasivační vrstvě je vhodný pro pasivaci materiálu vodivosti typu N, kdy jsou minoritní nosiče, díry, efektivně odstíněny od povrchu substrátu, a naopak [19]. Princip působení BSF efektu je znázorněn na obr. 32.



Obr. 32: Princip BSF efektu u ARC a pasivační vrstvy

Antireflexní a pasivační vrstva bývá tvořena dielektrickým materiálem s indexu lomu n co nejblíže ideální hodnotě 2,4. Nejpoužívanějším materiálem je nitrid křemíku (nestechiometrický – SiN_x nebo stochiometrický – Si_3N_4), neboť má vhodné optické vlastnosti ($n = 2,014$ pro $\lambda = 600$ nm), elektrické vlastnosti (relativní permitivita $\epsilon_r = 7,5$ [-], šířka zakázaného pásu $W_{eg} = 4,7$ eV) i mechanické vlastnosti (tvrdost, tepelná a chemická stabilita). Nitrid křemíku se nanáší chemickou depozicí z plynné fáze metodou LPCVD (*Low-Pressure Chemical Vapor Deposition*) nebo PECVD (*Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition*). V obou případech se jedná o proces, při němž chemické látky v plynné fázi reagují poblíž nebo přímo na zahřátém substrátu a tvoří na něm tzv. depozit v pevné formě. Dalšími používanými materiály jsou oxid křemíku (SiO_2), nitrid hliníku, oxid yttria. Pro redukci povrchových stavů se v antireflexní vrstvě nejčastěji používá atomární vodík (např. vrstva $\text{SiN}_x\text{:H}$). Nakonec se provede sleptání ARC vrstvy ze zadní strany (pokud tam byla vytvořena) [18].

ARC a pasivační vrstva se u běžných článků nanáší pouze na přední stranu, pokud je ale provedena oboustranná depozice, lze opět provést měření τ_{eff} . Neboť je pasivační vrstva přítomna na obou stranách desky, není již nutné článek pasivovat chemicky. Na leštěných deskách se pomocí laserového elipsometru měří tloušťka a index lomu ARC vrstvy. Mikroskopii Kelvinovou sondou lze opět využít k měření tloušťky na kolmém výbrusu článku a ke zjištění polarity náboje v ARC a pasivační vrstvě.

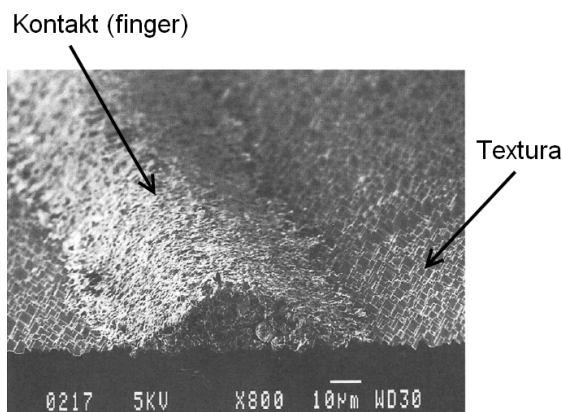
4.6 Kontaktování

Materiály pro kontakty na solárním článku musí mít následující parametry:

- nízký přechodový odpor s kontaktovanou vrstvou,
- nízká objemová rezistivita,
- dobrá pájitelnost
- u předních kontaktů musí umožňovat tvorbu struktury s velkým poměrem výška/šířka pro minimalizaci zakryté plochy.

Postup tisku kontaktů se liší podle motivu kontaktů, jeden z možných postupů je popsán dále. Tisk kontaktů probíhá nejprve na zadní straně, kdy se nejprve tisknou stříbro-hliníkovou pastou busbary a následně se celá zadní strana pokrývá vrstvou hliníku. Přední strana se potiskuje pastou s obsahem stříbra. Přítomnost stříbra v kontaktech zajišťuje jejich dobrou pájitelnost, hliník zajišťuje ohmický kontakt se substrátem a současně vytváří obohacenou P^+ vrstvu pod kontaktem, jež vytváří BSF efekt.

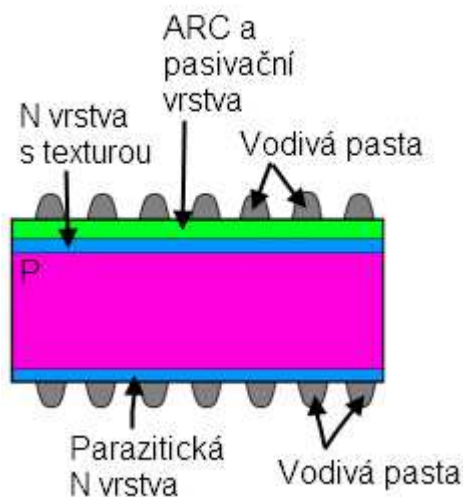
Nejčastějším způsobem vytváření kontaktů je sítotisk, a to vzhledem k jeho nízké ceně. Sít kontaktů pro sběr vzniklých nosičů náboje lze ale vytvořit i např. fotolitografií či vakuovým napařováním vybraných kovů.



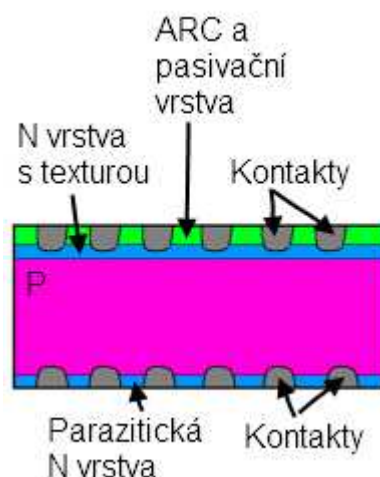
Obr. 33: Natištěný kontakt na přední straně a pyramidová struktura textury [24]

4.6.1 Výpal

Po nanesení vodivé pasty následuje sušení, kdy dochází k odpaření rozpouštědel. Při samotném výpalu se vypálí organické sloučeniny a vytvoří se vodivé cesty. Teplota výpalu musí být dostatečně dlouhá, aby na přední straně došlo k propálení ARC a pasivační vrstvy a na zadní k propálení parazitické N vrstvy (pokud je přítomna). Při nízkých teplotách vzniká velký přechodový odpor, při vysokých teplotách je ale vyšší riziko propálení N vrstvy na přední straně.



Obr. 34: Substrát s natištěnou pastou



Obr. 35: Substrát s vytvořenými kontakty

Pokud na substrát s oboustrannou pasivací nebyly nanесeny kontakty, ale byl proveden výpal (vyžhání), lze změřit změnu τ_{eff} pomocí μ -PCD. Při odlaďování procesu tisku kontaktů nebo při zavádění nových typů past se ke zjišťování parametrů kontaktů (vrstvého odporu difúzní vrstvy R_{SHD} , kontaktního odporu R_C a vrstvého odporu natištěných tlustých vrstev R_M) používá metoda Dietricha E. Reimera. Tato metoda spočívá ve vytvoření specifického vodivého obrazce na substrátu, na nějž se připojují napěťové a proudové zdroje podle druhu měřeného odporu.

4.7 Broušení hran

U téměř hotových kontaktovaných článků následuje odstranění tzv. zkratu přes hranu, kdy se přeruší spojení mezi přední a zadní stranou článku vzniklé při difúzi. Nejčastěji se zkrat přes hranu odstraňuje broušením, u větších desek (6 palcové) se upřednostňuje řezání zeleným laserem. Existuje i alternativní postup využívající leptání plazmatem.

4.8 Měření na hotových článcích

Hotové články se třídí do skupin podle velikosti proudu I_{450} při výstupním napětí $U = 450$ mV. Jednotlivé třídy jsou odstupňovány po 5 %, neboť výkon celého panelu je dán výkonem nejslabšího článku. K zjištění AV charakteristiky a mj. i proudu I_{450} se nejčastěji používá solární simulátor, což je ve své podstatě zdroj světla v podobě xenonové nebo halogenidové výbojky, který co nejvěrněji simuluje sluneční záření (spektrum AM 1,5 Global, intenzita 1000 W.m^{-2} , teplota 25°C). Světlo z výbojky prochází soustavou optických čoček, pomocí nichž je vytvořen svazek rovnoběžných paprsků, které dopadají kolmo na měřený článek. Pro odstranění vlivu odporu mezi měřicí sondou a článkem se používá čtyřbodová sonda [17].

Měřením na solárním simulátoru lze dále zjistit velikost zkratového proudu I_{SC} , napětí naprázdno U_{OC} , bod maximálního výkonu P_{MPP} , proud při maximálním výkonu I_{MPP} , napětí při maximálním výkonu U_{MPP} , činitel plnění FF (*Fill Factor*), účinnost přeměny záření na elektrickou energii E_{ff} a velikost sériového R_{SO} a paralelního R_{Shunt} odporu.

4.9 Další používané měřicí metody

Existuje mnoho dalších metod měření vlastností fotovoltaických článků, z nichž některé jsou velmi podobné výše uvedeným – např. EBIC (*Electron Beam Induced Current*), LBIV (*Light Beam Induced Voltage*). Pomocí tzv. dynamického měření lze zjistit dobu života nosičů náboje, průrazné napětí článku, jeho bariérovou kapacitu a sériový odpor. Po připojení článku na závěrné napětí lze lokalizovat defekty pomocí termokamery. Ty se na snímku objeví jako horká místa vzhledem k okolní teplotě článku. Článek lze charakterizovat i dle jeho šumových charakteristik – pomocí proudu se v článku generuje šum, jenž se snímá, a ze zjištěných závislostí šumu na proudu se určují defekty v článku.

4.9.1 QSSPC metoda

Metoda měření fotovodivosti za ustáleného nebo kvazi-ustáleného stavu (*Quasi-Steady-State PhotoConductance*) slouží ke zjišťování efektivní doby života minoritních nosičů náboje. Metoda vychází ze zjištění množství nosičů, které jsou přítomné při stálém ozáření článku. Stálým ozařováním ale dochází k ohřevu článku a tím i ke změně doby života, proto se využívá pouze krátkých záblesků. Článek se ozařuje zábleskem z přesně definovaného zdroje světla. Základním předpokladem pro měření QSSPC metodou je, že intenzita přesně definovaného záblesku, jímž je článek ozářen, se mění dostatečně pomalu v exponenciální závislosti a počet nosičů náboje tak odpovídá ustálenému stavu. Tento předpoklad je splněn v případě, že doba života nosičů v článku je menší než časová konstanta rozpadu světla. Množství záření dopadající na článek se upraví v závislosti na odrazivosti a absorpčním koeficientu křemíku a následně se z něj určí rychlost generace [17].

4.9.2 Měření kvantové účinnosti

Vnější kvantová účinnost EQE (*External Quantum Efficiency*) udává schopnost přeměny záření o určité vlnové délce dopadající na článek na elektrickou energii. V případě, že dojde k absorpci všech fotonů jedné vlnové délky a žádný ze vzniklých minoritních nosičů nezrekombinuje, je hodnota kvantové účinnosti pro tuto délku rovna jedné. Kvantová účinnost fotonů s energií menší, než je šířka zakázaného pásu, je nulová [17].

Vnitřní kvantová účinnost IQE (*Internal Quantum Efficiency*) na rozdíl od vnější zahrnuje vliv odrazivosti povrchu článku a průchod záření vzorkem. Týká se tedy pouze fotonů generujících nosiče náboje. Tuto účinnost lze zjistit změřením odrazu a průchodu světla článkem a následnou korekcí vnější kvantové účinnosti pomocí těchto hodnot [17].

4.9.3 LBIC metoda

Metoda LBIC (*Light Beam Induced Current*) se používá k mapování elektricky aktivních oblastí fotovoltaických článků. Základem metody je rastrování článku zaostřeným laserovým paprskem a snímání indukovaného proudu. Velikost generovaného proudu závisí nejvíce na vlnové délce záření, přítomnosti elektrického pole (polarizace článku při měření), velikosti osvětleného bodu. Velikost lokální proudové odezvy se následně zobrazuje v podobě proudové mapy článku, na níž lze lokalizovat elektricky aktivní defekty v jeho struktuře [25].

4.9.4 Elektroluminiscence a mikroplasma

Elektroluminiscence pracuje na stejném principu jako LED diody – využívá zářivé rekombinace nosičů náboje. Fotovoltaický článek je připojen v propustném směru na zdroj napětí a pomocí nízkošumové CCD kamery se snímá vzniklé záření. Intenzita emitovaného

světla je přímo úměrná napětí v daném místě, tudíž se špatně nakontaktované a neaktivní oblasti na snímku zobrazí v podobě tmavých míst. Ze snímku tak lze určit druh defektu a jeho umístění. Pro zvýraznění určitého druhu defektu se snímání provádí přes filtry světla. Snímky z elektroluminiscence se velmi podobají proudovým mapám získaných měření metodou LBIC [17].

Při připojení článku ke zdroji napětí v závěrném směru dochází k lavinovému průrazu a vzniku mikroplazmy, která emituje světlo. Na snímcích vytvořených CCD kamerou pak lze jasně vidět místa s poruchami.

4.9.5 Suns-Voc

Metodou Suns-Voc lze změřit podobné parametry jako na solárním simulátoru s tím rozdílem, že tato metoda neuvažuje vliv sériového odporu. Je to proto, že měření se provádí na nezatíženém obvodu. Výsledkem měření je tak ideální pseudo-voltampérová charakteristika, z níž lze zjistit pseudo-účinnost nebo pseudo-činitel plnění. Porovnáním těchto parametrů s parametry získanými ze solárního simulátoru snadno určit vliv parazitního sériového odporu. Metodu lze využít i pro zjištění základních informací o materiálu nebo kvalitě pasivace. Napětí naprázdno (U_{OC}) je měřeno ihned po rychlém světelném pulzu ze zdroje s přesně definovanými parametry. Intenzita světla se pohybuje v intervalu od tisícín do několika stovek sluncí, v závislosti na použitém filtru [26].

5 Měřicí zařízení

5.1 Mikroskop NTEGRA Prima

Měření byla prováděna na mikroskopu NTEGRA Prima od firmy NT-MDT v úpravě pro skenování vzorkem. Mikroskop lze použít jako AFM, KPFM, SCM, STM, SRI, pro litografii a jiné techniky. Hlavní součásti tohoto mikroskopu jsou:

- základní jednotka,
- měřicí modul
 - o skener,
 - o hlava,
- optický mikroskop,
- systém tlumení vibrací,
- řídicí systém
 - o SPM kontrolér,
 - o počítač s programovým vybavením.

Na základní jednotce jsou umístěny výstupy pro uzemnění nebo připojení napětí na vzorek, manipulátory v osách x/y, senzory pro měření teploty a vlhkosti a mj. slouží i k upevnění skeneru. Skener je tvořen piezokeramickou trubicí uzavřenou v kovovém pouzdře, umístěném v držáku. V měřicí hlavě je umístěn laser, poziční fotodiody a šrouby pro posun držáku sondy. Optický mikroskop slouží hlavně k orientaci na vzorku. Maximální rozměry skenované oblasti jsou $100 \times 100 \times 10 \mu\text{m}$ (x/y/z).



Obr. 36: Popis mikroskopu

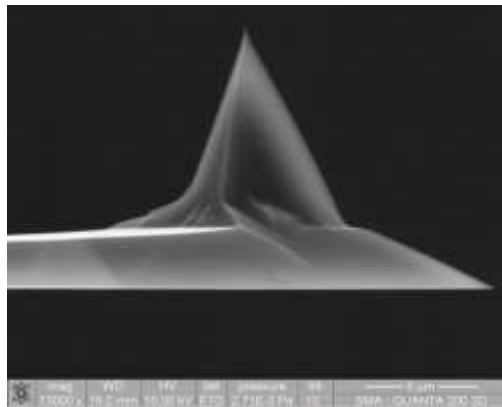
Vzorky se připevňují na podložky, které se magneticky upevňují na skener. U AFM bývají používány kovové destičky, v případě KPFM se vzorek upevňuje na keramickou destičku s kovovým kontaktem, která se umísťuje do magnetického držáku.

5.1.1 Hroty pro SPM

Při většině topografických měření byly použity hroty NSG10, pouze v případech výrazného zkreslení (hlavně u hrubých vzorků) bylo měření zopakováno tužšími hroty NSG30 pro omezení vzniku artefaktů ve snímku. Pro měření KPFM byly zvoleny hroty s vodivým povlakem TiN – NSG10/TiN. Všechny uvedené hroty jsou od firmy NT-MDT.

Tabulka 1: Parametry použitých hrotů [27]

	Reflexní materiál	Výška hrotu	Poloměr zakřivení hrotu	Povrchová úprava hrotu	Rezonanční frekvence	Tuhost ramínka	Poměr stran
		[μm]	[nm]	[nm]	[kHz]	[N/m]	
NSG10	Au	14 – 16	min. 6 stand. 10	-	140 – 390; stand. 240	3,1 – 37,6; stand. 11,8	3:1 – 5:1
NSG30	Au	14 – 16	min. 6 stand. 10	-	240 – 440; stand. 320	22 – 100; stand. 40	3:1 – 5:1
NSG10/TiN	Au	14 – 16	35	TiN: 20 – 30	140 – 390; stand. 240	3,1 – 37,6; stand. 11,8	3:1 – 5:1



Obr. 37: SEM snímek hrotu NSG10 [27]

6 Využití SPM technik při studiu vlastností krystalických křemíkových solárních článků

Mikroskopie atomárních sil se v oblasti vývoje a výroby krystalických křemíkových solárních článků využívá k mapování velikosti zrn v multikrystalickém křemíku, ke zkoumání vlastností na jejich rozhraní nebo ke zjištění drsnosti povrchu. Výhodou AFM oproti optickým zobrazovacím technikám je mnohem vyšší rozlišení zobrazení a snazší měření výškových hodnot. Elektrické SPM techniky (např. KPFM) lze využít pro měření koncentračního profilu a hloubky difúze. Další možností je měření vázaného náboje v pasivační vrstvě. V kapitole 4 Výroba křemíkových solárních článků jsou u jednotlivých částí výrobního postupu uvedeny možnosti využití SPM technik.

Tato experimentální část práce je zaměřena na využití SPM technik při studiu vlastností křemíkových monokrystalických i multikrystalických solárních článků. Měření probíhala v laboratořích společnosti Solartec s.r.o.

6.1 Příprava vzorků

Vzhledem k typu zařízení jsou maximální rozměry vzorku omezeny na velikost cca 10 x 10mm. Tenké vzorky (většinou texturované desky) byly na požadovanou velikost lámány diamantovým hrotem, tlustší vzorky (většinou leštěné desky) byly na požadovaný rozměr nařezány laserem. Protože při řezání laserem dochází ke znečištění hlavně v okolí řezu, byla volena velikost vzorku 10 x 10mm a měření byla prováděna ve středu desky.

Protože SPM metody zobrazují pouze vlastnosti povrchu, je nutné jej před měřením důkladně očistit. Desky po leptacích procesech byly po nalámání upevněny na podložky a poté důkladně očištěny stlačeným vzduchem. Laserem řezané vzorky byly před upevněním omyty metanolem, poté následoval oplach demineralizovanou vodou a sušení stlačeným vzduchem. Při měření selektivního emitoru vytvořeného na leštěných deskách bylo nutné odstranit vzniklý nativní oxid křemíku (jednalo se o vzorky vytvořené před delší dobou), což bylo provedeno leptáním v 1 % roztoku kyseliny fluorovodíkové. Poté následoval oplach demineralizovanou vodou a osušení stlačeným vzduchem. Vzorky byly připravovány těsně před samotným měřením, aby se zabránilo opětovnému usazování nečistot.



Obr. 38: Vzorek připravený k měření

6.2 Obecné zásady měření

Při skenování je velmi důležité rozlišení snímku a jeho kvalita. Rozlišení snímků bylo zvoleno 256 x 256 bodů. Jejich kvalita souvisí se zvolenou rychlostí skenování, nastavením citlivosti zpětné vazby a nastavením síly doteku hrotu. Rychlost skenování by neměla přesáhnout 20 $\mu\text{m/s}$ nebo frekvenci 1 Hz. Čím nižší rychlost skenování, tím vyšší přesnost, ale i delší doba skenování. Pro srovnatelnost snímků by rychlost jejich skenování měla být stejná. Směr skenování byl s ohledem na typ hrotu volen kolmo na ramínko (ve směru osy x).

Nastavení citlivosti zpětné vazby a doteku hrotu na sobě vzájemně závisí a je ovlivněno strukturou snímaného povrchu, typem hrotu a jeho opotřebeností. Minimální citlivost zpětné vazby je 0,3, při nižší hodnotě by již hrot nemusel stíhat měnit svou polohu a mohlo by dojít k jeho destrukci. S menší citlivostí zpětné vazby ale dochází i ke zkreslení ostrých přechodů v topografii, které se jeví mnohem plynulejší. Síla doteku hrotu se nastavuje v rozmezí 50 % až 80 % velikosti amplitudy kmitu hrotu. S menší silou doteku se může stát, že některé níže položené objekty nebudou zobrazeny (nebo jen z části), neboť interakce mezi nimi a hrotem bude příliš slabá.

U každého snímku jsou uvedeny základní údaje o měření – typ hrotu, rychlost skenování, vzdálenost od povrchu (pouze v případě KPFM), rozměry skenované oblasti.

6.3 Měření topografie povrchu

Topografie povrchu byla měřena na křemíkových monokrystalických i multikrystalických křemíkových substrátech po odstranění pohmožděné vrstvy a na texturovaném povrchu. K měření topografie byla zvolena mikroskopie atomárních sil v semikontaktním módu. Při snímání výraznějších textur bylo nutné i přes použití tužších hrotů snížit citlivost zpětné vazby i sílu doteku, jinak docházelo k rezonování hrotu a výsledný snímek byl výrazně zkreslený.

Součástí charakterizace povrchu je kromě vizuálního vyhodnocení snímku povrchu zjištění profilu a drsnosti struktury. Drsnost povrchu s neperiodickou strukturou se nejčastěji popisuje následujícími parametry:

- největší výška profilu R_t ,
- největší hloubka prohlubně profilu R_v ,
- největší výška výstupku profilu R_p ,
- střední aritmetická hodnota drsnosti R_a ,
- střední kvadratická hodnota drsnosti R_q .

Na každém snímku byly zvoleny 3 řezy tak, aby obsáhly co nejvíce výrazných objektů. Z profilů uvedených u snímků lze získat představu o tvaru a velikostech objektů na povrchu. Výsledná hodnota parametrů drsnosti struktury je aritmetickým průměrem hodnot z jednotlivých řezů. Vyhodnocení snímků probíhalo v programech Gwyddion a NOVA.

6.3.1 Struktura po odstranění pohmožděné vrstvy v alkalické lázni

Velikost útvarů vzniklých po odleptání pohmožděné vrstvy závisí na teplotě leptací lázně, na jejím složení a době leptání. Na následujících snímcích 39 až 42 jsou zobrazeny struktury na monokrystalických i multikrystalických substrátech po procesu leptání – topografie povrchu a profily ve vybraných řezech. Pro odlišení jednotlivých lázní bylo použito pojmenování dle předpokládaného povrchu – hladký, středně hrubý a hrubý povrch. U multikrystalických substrátů závisí vlastnosti povrchu na krystalografické orientaci jednotlivých zrn, proto bylo

vždy provedeno více měření na různých zrnech. Snímky jednotlivých zrn (oblastí) jsou seřazeny podle toho, jak se jevíly v optickém mikroskopu – od nejsvětlejších po nejtmavší. Protože jasný povrch je ten, který odráží více světla, lze snadno porovnávat vhodnost jednotlivých struktur.

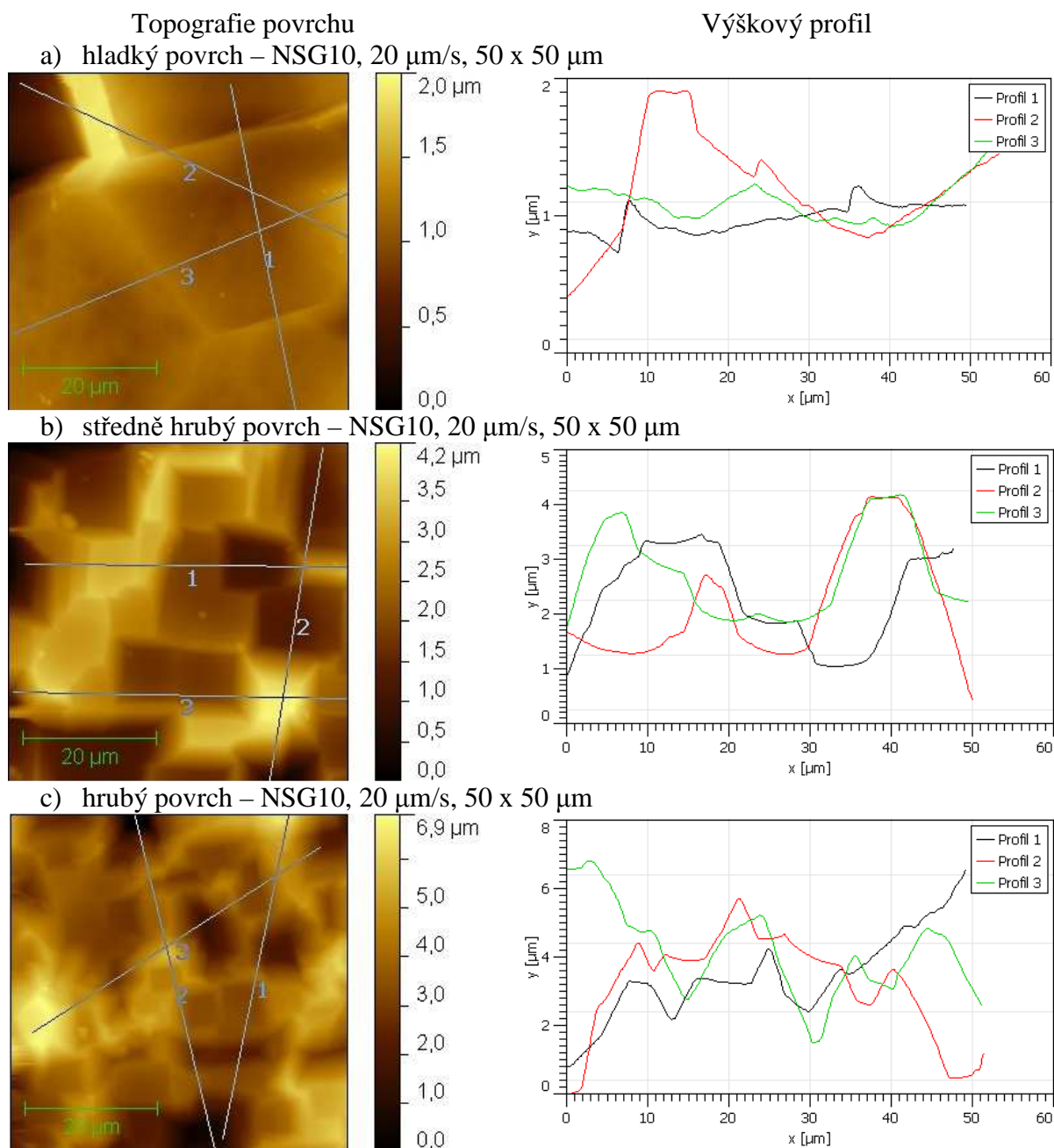
Na obr. 39 jsou znázorněny povrchy monokrystalických substrátů po odleptání pohmožděné vrstvy a změřené profily vytvořených struktur, hodnoty parametrů drsnosti jsou uvedeny v tabulce 2. V zobrazených profilech jsou jasně viditelné rozdíly vzniklých struktur. Hodnoty parametrů drsnosti rostou v souvislosti s předpokládanou hrubostí povrchu. U hladkého povrchu je nejvyšší výška profilu $R_t = 0,213 \mu\text{m}$ a střední aritmetická hodnota drsnosti $R_a = 0,021 \mu\text{m}$. Na snímku tohoto povrchu (39 a) je také vidět, že nejspíše nedošlo k úplnému odstranění pohmožděné vrstvy, viz útvar vlevo nahoře. Při výrobě monokrystalických křemíkových solárních článků se nejčastěji využívá leptání na středně hrubý povrch (39 b), jehož hodnoty parametrů drsnosti jsou oproti hladkému povrchu dvojnásobné $R_t = 0,436 \mu\text{m}$, resp. trojnásobné u hodnoty střední aritmetické drsnosti $R_a = 0,05 \mu\text{m}$. Na hrubém povrchu (39 c) jsou patrné vznikající pyramidy. Hodnoty parametrů drsnosti v tomto případě jsou $R_t = 0,806 \mu\text{m}$ a $R_a = 0,140 \mu\text{m}$.

U multikrystalických substrátů byla vždy na 1 vzorku provedena 3 měření na místech s různou krystalografickou orientací. Měření byly substráty s předpokládaným hladkým a hrubým povrchem a pro ilustraci vlivu leptání na povrch bylo provedeno měření na neleptaném multikrystalickém substrátu. Na obr. 40, 41 a 42 jsou uvedeny snímky a profily na substrátech, hodnoty parametrů drsnosti jsou uvedeny v tabulkách 3, 4 a 5.

Obr. 40 znázorňuje neleptaný povrch multikrystalického substrátu. Mezi jednotlivými zrny nejsou patrné velké rozdíly ani v topografii, ani v parametrech drsnosti. Na uvedených profilech je vidět, že povrch se skládá z několika málo výraznějších struktur se zvrásněným povrchem. Střední aritmetická drsnost R_a se pohybuje v intervalu $0,128 \mu\text{m}$ až $0,155 \mu\text{m}$. Nejvyšší výška profilu R_t je ovlivněna přítomností výraznějších prohlubní v některých snímcích, hodnota tohoto parametru je $0,887 \mu\text{m}$ až $1,228 \mu\text{m}$.

Na obr. 41 jsou jasně viditelné rozdíly ve vytvořené struktuře v závislosti na krystalografické orientaci zrna. Parametry drsnosti i profily jsou odlišné hlavně pro oblast 1 ($R_t = 0,672 \mu\text{m}$, $R_a = 0,070 \mu\text{m}$) parametry a profily oblastí 2 a 3 jsou srovnatelné ($R_t = 0,988 \mu\text{m}$, resp. $0,856 \mu\text{m}$, $R_a = 0,126 \mu\text{m}$, resp. $0,128 \mu\text{m}$). Z porovnání těchto hodnot a snímků oblastí 2 a 3 lze usuzovat na podobnou krystalografickou orientaci oblastí. Struktura v oblastech 2 a 3 také pohlcovala mnohem více světla.

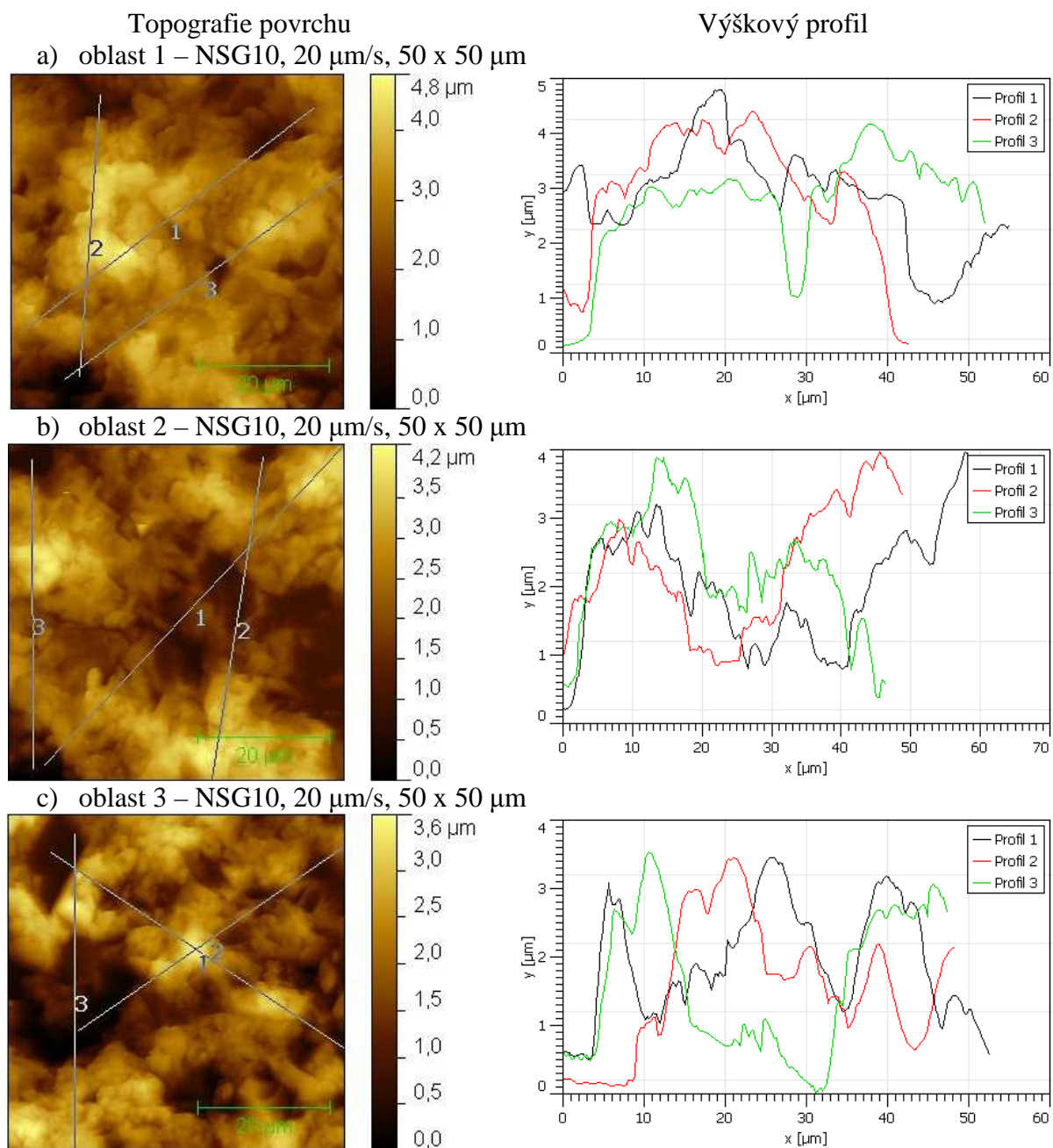
V případě hrubého povrchu (obr. 42) lze předpokládat vyšší struktury, než jak jsou zobrazeny, protože při měření byla nastavena malá amplituda, aby nedocházelo k rezonování hrotu. Na snímcích se toto projevuje rovnými oblastmi. Hodnoty parametrů drsnosti i profily tak nejsou zcela přesné. Z profilů i z parametrů drsnosti je však patrný vliv krystalografické orientace zrna na velikost vytvořených struktur. Čím vyšší jsou parametry drsnosti a vytvořené struktury, tím méně bylo světlo odráženo. Např. největší výška profilu R_t má v případě oblasti 1 hodnotu $1,558 \mu\text{m}$, zatímco v oblasti 3 $R_t = 2,274 \mu\text{m}$. Obdobně je tomu i v případě střední aritmetické drsnosti R_a , která v oblasti 1 nabývá hodnoty $0,156 \mu\text{m}$ a v oblasti 3 hodnoty $0,219 \mu\text{m}$.



Obr. 39: Srovnání povrchů monokrystalických substrátů po odleptání pohmožděné vrstvy

Tabulka 2: Rozdíly drsnosti struktur na monokrystalických substrátech po odleptání pohmožděné vrstvy

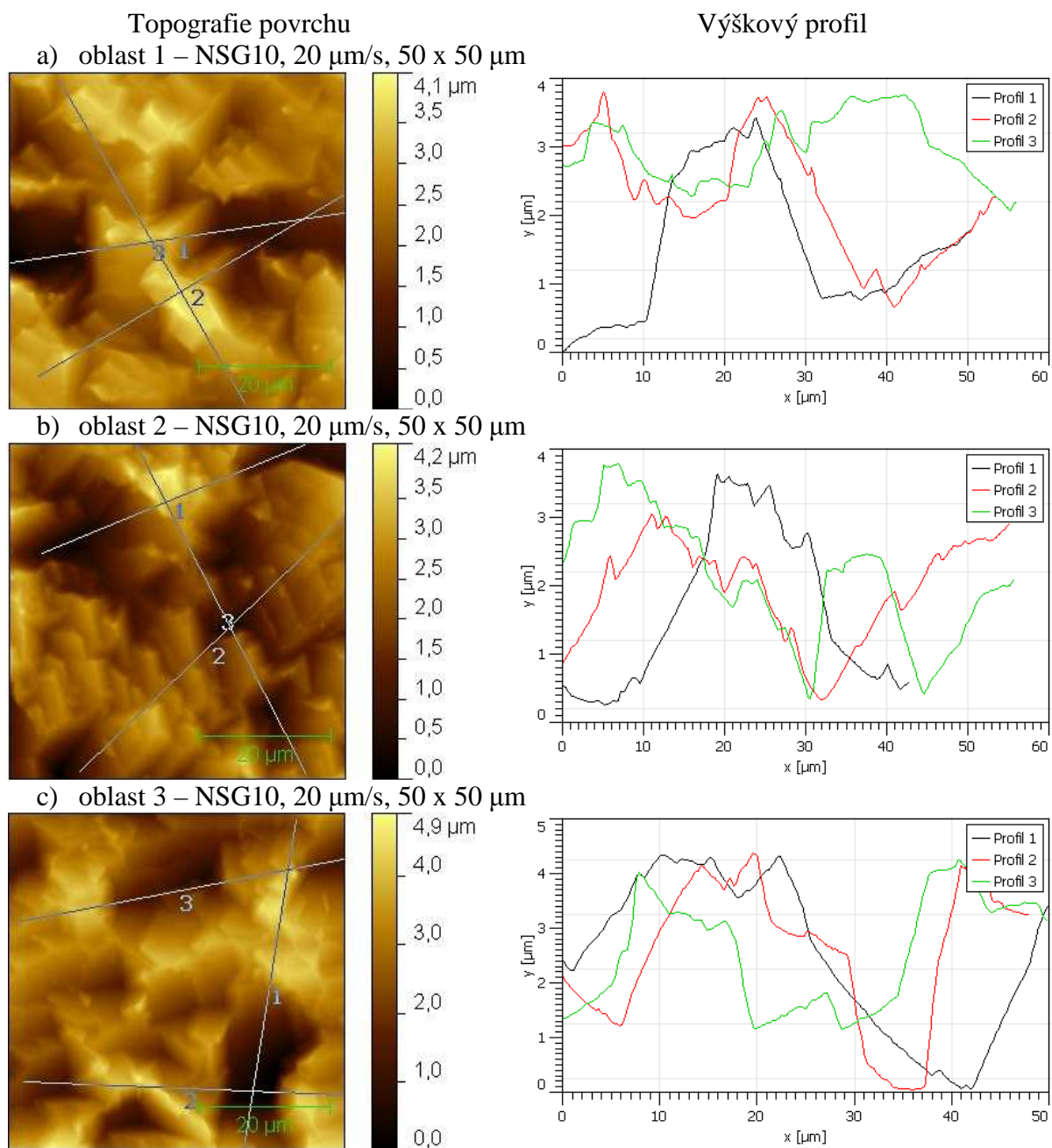
Povrch	R_t [μm]	R_v [μm]	R_p [μm]	R_a [μm]	R_q [μm]
hladký	0,213	0,090	0,122	0,021	0,029
středně hrubý	0,436	0,227	0,209	0,065	0,082
hrubý	0,806	0,376	0,430	0,140	0,169



Obr. 40: Povrch neleptaného multikrystalického substrátu

Tabulka 3: Rozdíly drsnosti struktur na multikrystalickém neleptaném substrátu

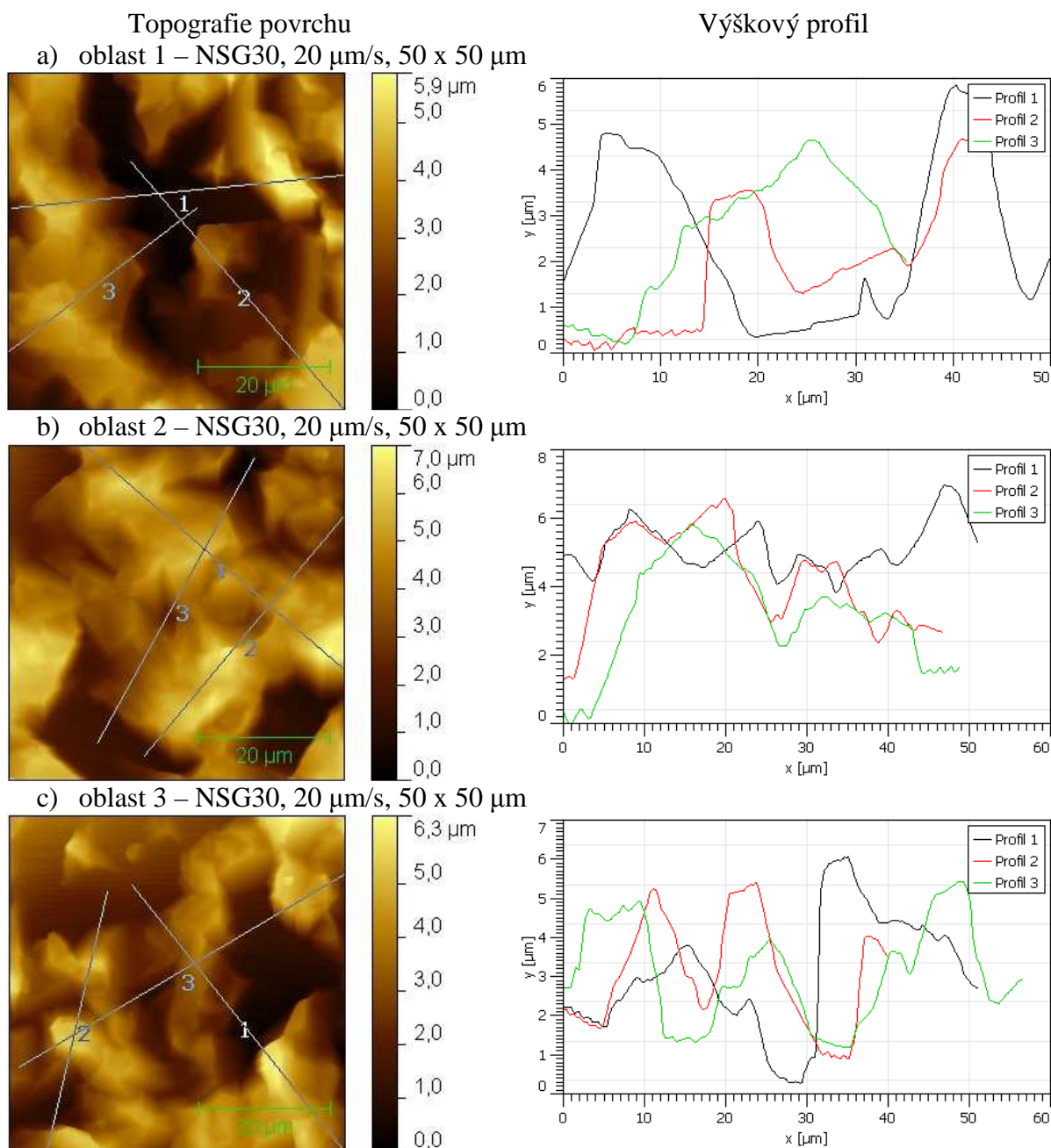
Povrch	R_t [μm]	R_v [μm]	R_p [μm]	R_a [μm]	R_q [μm]
oblast 1	1,228	0,642	0,587	0,155	0,203
oblast 2	0,887	0,485	0,403	0,128	0,160
oblast 3	1,099	0,598	0,502	0,138	0,179



Obr. 41: Povrch multikrystalického substrátu s předpokládaným hladkým povrchem

Tabulka 4: Rozdíly drsnosti struktur na multikrystalickém substrátu s předpokládaným hladkým povrchem

Povrch	R_t [μm]	R_v [μm]	R_p [μm]	R_a [μm]	R_q [μm]
oblast 1	0,672	0,341	0,332	0,070	0,098
oblast 2	0,988	0,463	0,525	0,126	0,162
oblast 3	0,856	0,400	0,455	0,128	0,161



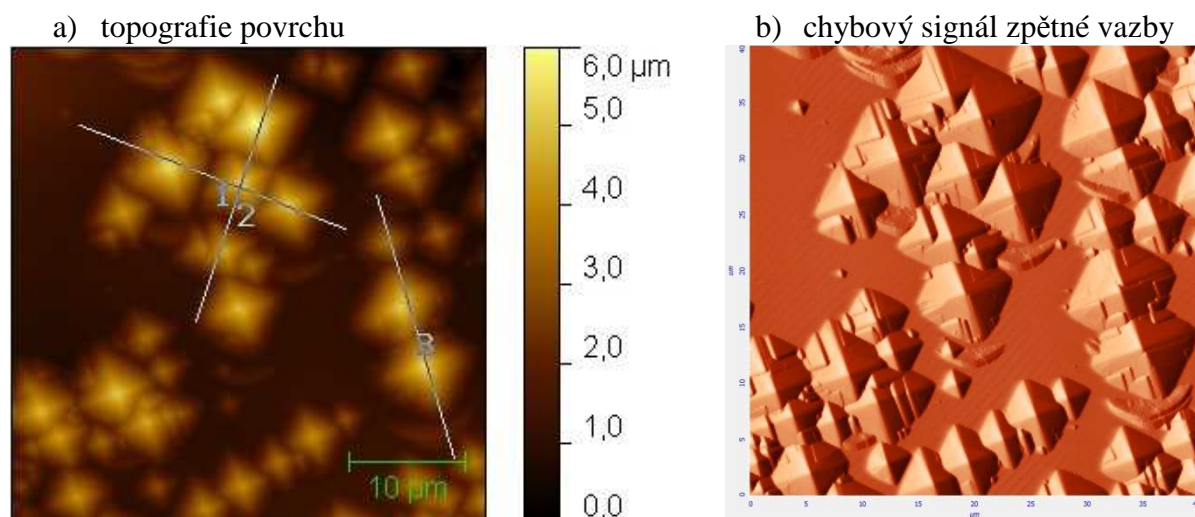
Obr. 42: Povrch multikrystalického substrátu s předpokládaným hrubým povrchem

Tabulka 5: Rozdíly drsnosti struktur na multikrystalickém substrátu s předpokládaným hrubým povrchem

Povrch	R_t [μm]	R_v [μm]	R_p [μm]	R_a [μm]	R_q [μm]
oblast 1	1,558	0,722	0,836	0,156	0,241
oblast 2	1,912	1,005	0,908	0,176	0,256
oblast 3	2,274	1,144	1,131	0,219	0,311

6.3.2 Alkalická textura

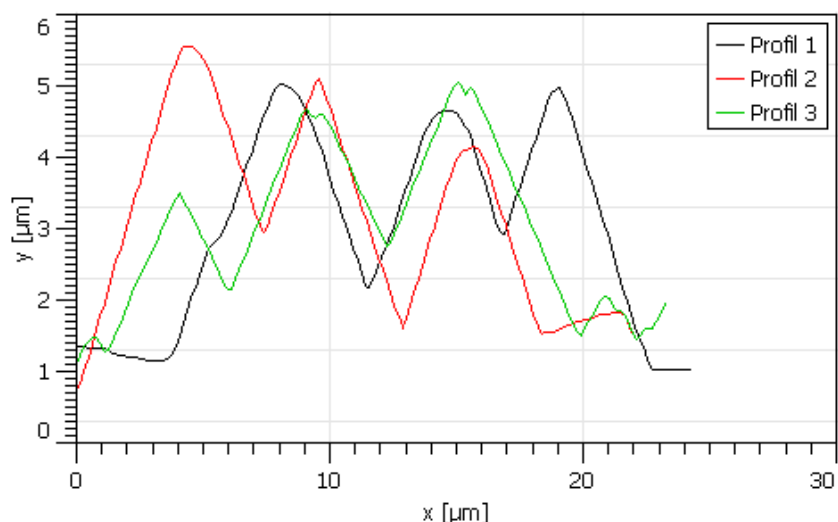
Při měření topografie alkalické textury byly použity tužší hroty NSG30, neboť výška pyramid dosahovala až 6 μm . Při měření hroty s menší tuhostí (NSG10) docházelo ve vyšší míře k rezonanci hrotu a tím ke zkreslení jemných struktur na povrchu. Rychlost skenování byla 20 $\mu\text{m/s}$. Vždy byl zobrazován signál výšky a chybový signál zpětné vazby, pomocí něhož lze identifikovat drobné struktury, které by jinak v celkovém profilu zanikly. Pomocí chybového signálu zpětné vazby se dobře upravuje citlivost zpětné vazby a síla doteku, protože jsou na něm jasné vidět rezonance hrotu.



NSG10, 20 $\mu\text{m/s}$, 40 x 40 μm

Obr. 43: Povrch monokrystalického křemíku po standardní alkalické textuře

Na obr. 43 je ukázka povrchu monokrystalického křemíku se standardní alkalickou texturou. Na obou snímcích je vidět, že textura není homogenní a objevují se oblasti s malými nebo hluboko položenými útvary, které nebylo možné zobrazit. Na topografickém snímku je možné provádět měření výšky pyramid, vzdálenosti pyramid nebo jejich vrcholového úhlu, viz obr. 44. Je ale třeba uvažovat zkreslení prohnutí pozadí, které se nepodařilo zcela vyrovnat. Na obr. 43 b) lze detailněji pozorovat strukturu pyramid a snáze než na topografickém snímku se na něm provádějí plošná měření, neboť jednotlivé útvary jsou jasně ohraničené.



Obr. 44: Profil standardní alkalické textury z obr. 43 a)

6.3.3 Kyselá textura

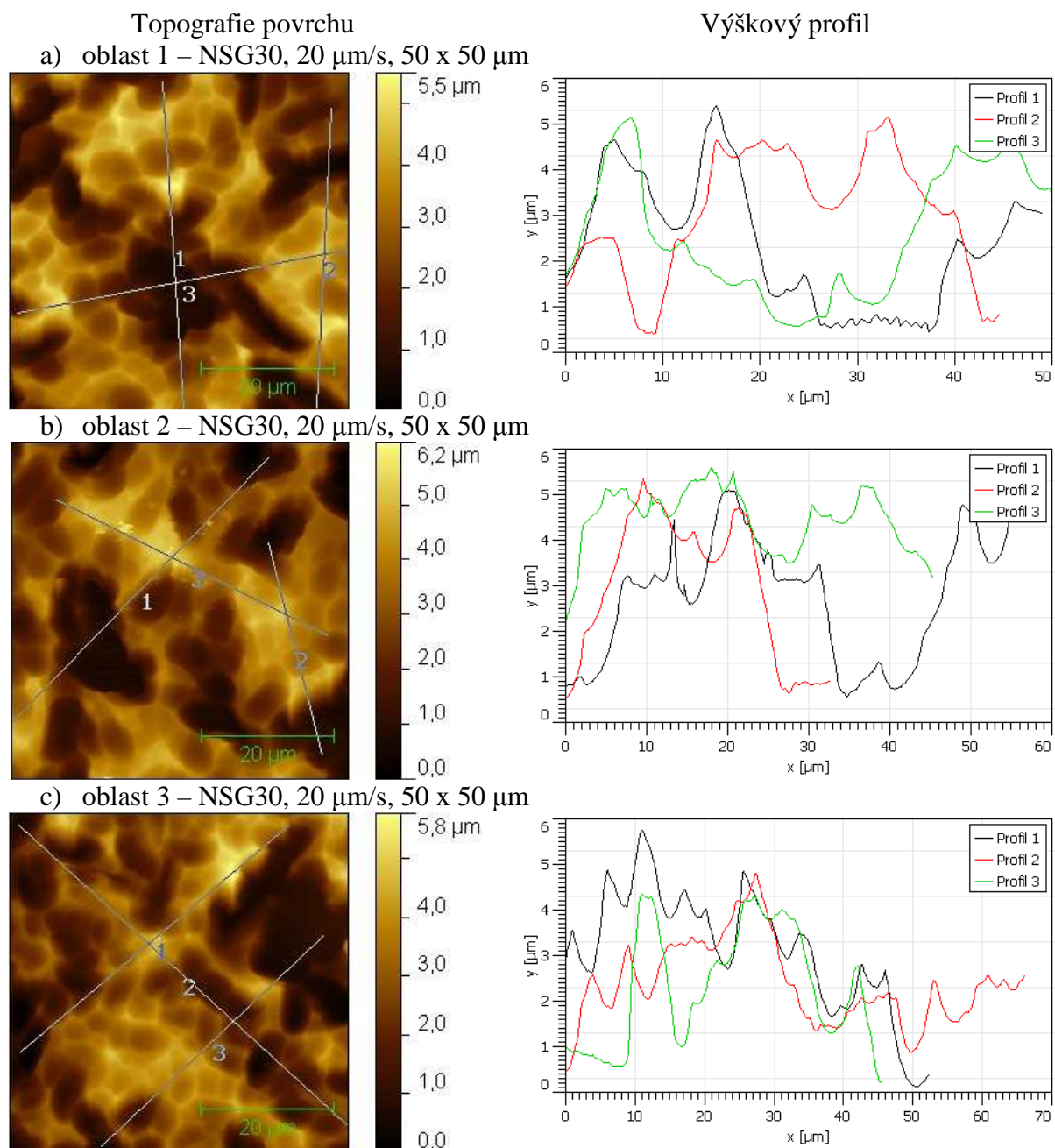
Z důvodu různé krystalografické orientace se pro texturování multikrystalických substrátů používá izotropní leptání v kyselých roztocích. Stejně jako u alkalické textury se vyhodnocuje velikost a tvar vytvořených útvarů a jejich homogenita. Tyto vlastnosti závisí na složení lázně, její teplotě a době leptání. U multikrystalických substrátů bylo na vzorku provedeno více měření na místech s různou krystalografickou orientací. Ve všech případech byly použity surové substráty bez předchozího leptání.

Na obr. 45 jsou uvedeny snímky multikrystalického křemíkového substrátu texturovaného ve standardní kyselé lázni, hodnoty parametrů drsnosti jsou uvedeny v tabulce 6. Přestože se jednotlivé oblasti liší krystalografickou orientací, je ze snímků zřejmé, že na tvar výsledné struktury to nemá výraznější vliv. Hodnoty parametrů drsnosti se ale liší. Čím méně světla bylo odraženo, tím vyšší jsou jejich hodnoty. Největší výška profilu v oblasti 1 je $R_t = 1,298 \mu\text{m}$, v oblasti 3 $R_t = 1,486 \mu\text{m}$. Hodnota střední aritmetické drsnosti je v oblasti 1 $R_a = 0,166 \mu\text{m}$, v oblasti 3 $R_a = 0,243 \mu\text{m}$. U textury vytvořené v kyselé lázni se výrazněji liší hodnoty R_v a R_p , než tomu bylo u struktur po odstranění pohmožděné vrstvy (viz 6.3.1 Struktura po odstranění pohmožděné vrstvy v alkalické lázni), kde byly struktury rovnoměrněji rozloženy kolem střední čáry. Důvodem je, že při kyselé texturaci dochází v některých místech k rychlejšímu leptání než v okolí, čímž v povrchu vznikají dlouhé úzké prohlubně.

Na obr. 46 je zobrazena topografie multikrystalického křemíku leptaného upravené kyselé lázni. Hodnoty všech parametrů drsnosti jsou v porovnání s hodnotami povrchu leptaného ve standardní lázni nižší. Výraznější rozdíl je v případě nejvyšší výšky profilu ($R_t = 0,837 \mu\text{m}$), hodnota střední aritmetické drsnosti je $R_a = 0,144 \mu\text{m}$.

Na obr. 47 a 48 jsou příklady kyselých textury vytvořené na monokrystalickém substrátu. Složení lázní 1a a 1b se liší v poměru jednotlivých složek, lázně měly i odlišnou teplotu. Ze snímků na obr. 47, zjištěných profilů i z parametrů drsnosti (viz tabulka 8) je zřejmá velká variabilita vytvářených povrchů. Parametry drsnosti v případě povrchu leptaného v lázni 1a jsou $R_t = 0,913 \mu\text{m}$ a $R_a = 0,145 \mu\text{m}$. Největší výška profilu i střední aritmetický drsnost je u povrchu leptaného v lázni 1b mnohem menší – $R_t = 57,1 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}$ a $R_a = 7,9 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}$, tj. šestnáctkrát, resp. osmnáctkrát menší. Na obr. 47 b) jsou vidět malé útvary na povrchu, nejspíše se jedná o drobné nečistoty.

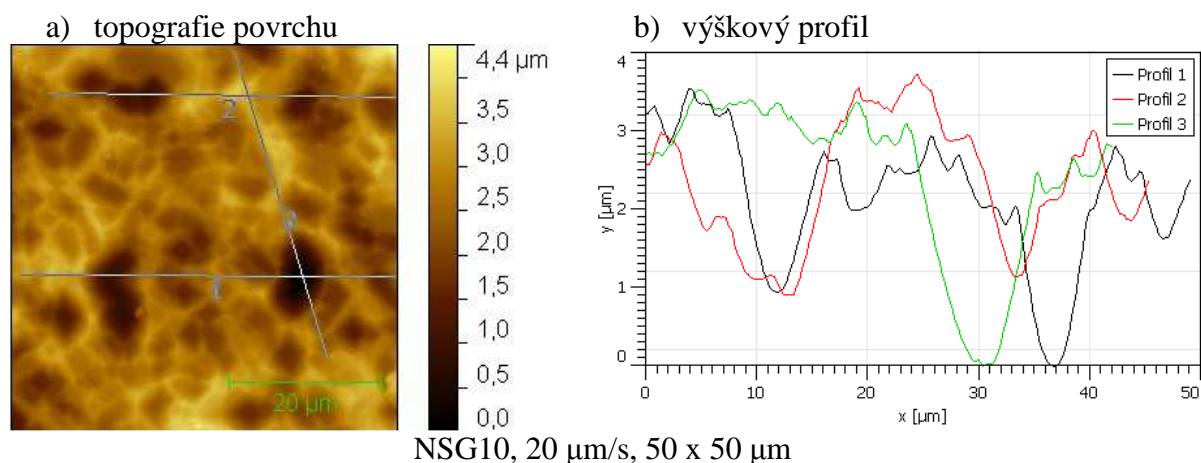
Na obr. 48 jsou uvedeny příklady struktury povrchu monokrystalických substrátů leptaných v lázních různých směsí. Topografie je v obou případech zcela odlišná, ta na obr. 48 b) se svou strukturou více přibližuje vzhledu multikrystalického substrátu s kyselou texturou. Největší výška profilu a střední aritmetická drsnost se výrazně liší, u povrchu leptaného v lázni 2 je $R_t = 1,567 \mu\text{m}$ a $R_a = 0,216 \mu\text{m}$, v lázni 2 pak $R_t = 2,260 \mu\text{m}$ a $R_a = 0,294 \mu\text{m}$.



Obr. 45: Povrch multikrystalického substrátu s kyselou texturou leptaný ve standardní lázni

Tabulka 6: Rozdíly drsnosti struktur na multikrystalickém substrátu s kyselou texturou leptaný ve standardní lázni

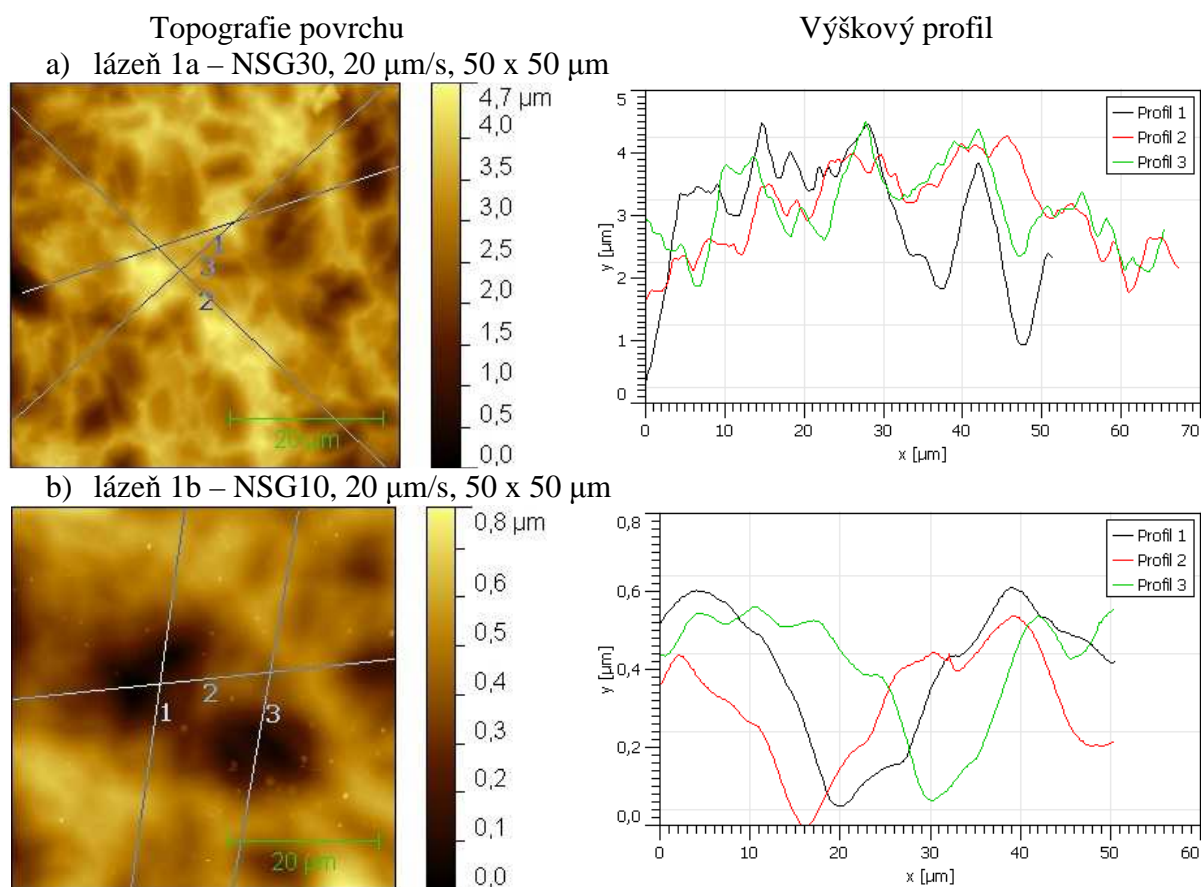
Povrch	R_t [μm]	R_v [μm]	R_p [μm]	R_a [μm]	R_q [μm]
oblast 1	1,298	0,551	0,747	0,166	0,219
oblast 2	1,422	0,562	0,859	0,197	0,246
oblast 3	1,486	0,625	0,860	0,243	0,308



Obr. 46: Povrch multikrystalického substrátu s kyselou texturou leptaný v upravené lázni

Tabulka 7: Drsnost struktury na multikrystalickém substrátu s kyselou strukturou leptaný v upravené lázni

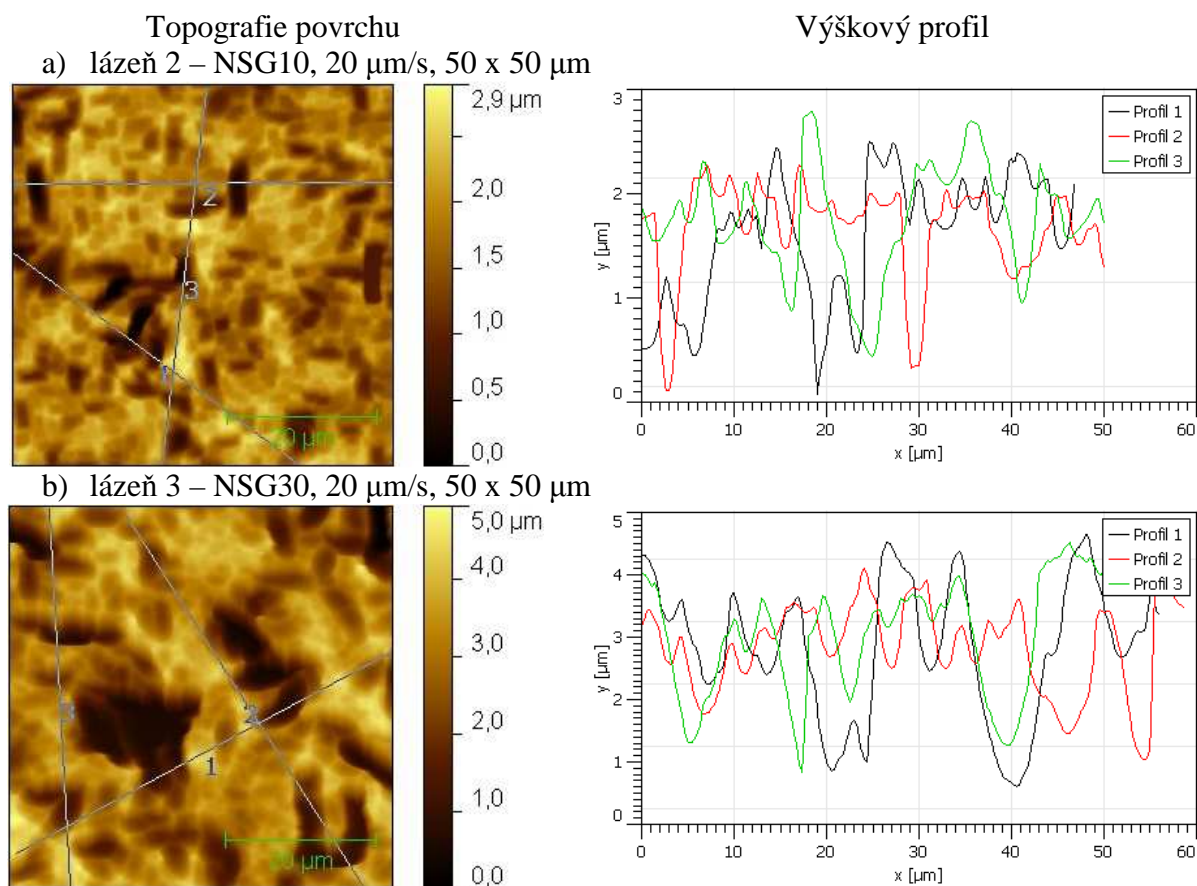
	R_t [μm]	R_v [μm]	R_p [μm]	R_a [μm]	R_q [μm]
Povrch	0,837	0,398	0,439	0,144	0,178



Obr. 47: Povrch monokrystalického substrátu s kyselou strukturou leptaný v lázni 1

Tabulka 8: Drsnost struktury na multikrystalickém substrátu s kyselou strukturou leptaný v lázni 1

Povrch	R_t [μm]	R_v [μm]	R_p [μm]	R_a [μm]	R_q [μm]
lázeň 1a	0,913	0,450	0,463	0,145	0,177
lázeň 1b	$57,1 \cdot 10^{-3}$	$34,3 \cdot 10^{-3}$	$22,9 \cdot 10^{-3}$	$7,9 \cdot 10^{-3}$	$9,8 \cdot 10^{-3}$



Obr. 48: Povrch monokrystalického substrátu s kyselou strukturou leptaný v odlišných lázních

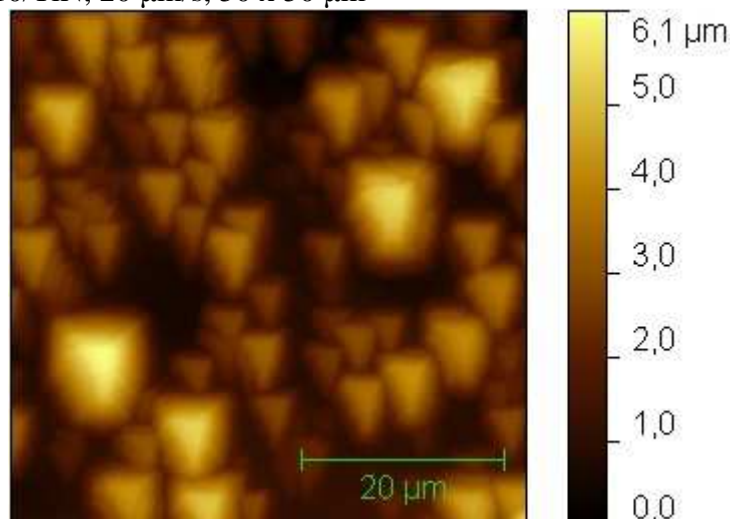
Tabulka 9: Drsnost struktury na multikrystalických substrátech s kyselou strukturou leptaných v odlišných lázních

Povrch	R_t [μm]	R_v [μm]	R_p [μm]	R_a [μm]	R_q [μm]
lázeň 2	1,567	0,877	0,691	0,213	0,280
lázeň 3	2,260	1,189	1,072	0,294	0,382

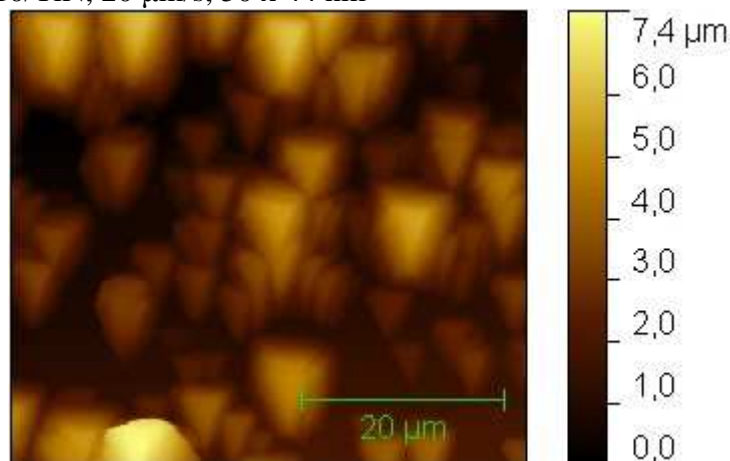
6.3.4 Topografie selektivního emitoru

Struktura povrchu se mění při každém procesu leptání, příkladem může být struktura povrchu po vytvoření selektivního emitoru na texturovaném monokrystalickém substrátu. Původní struktura byla tvořena klasickými pyramidami vytvořenými při standardním procesu leptání. Tyto pyramidy se po vytvoření selektivního emitoru změnily na trojboké jehlany s jednou stranou výrazně delší, viz obr. 49. Tato topografie byla ověřena na 2 místech vzorku a to na rozhraní prstu a čistého křemíkového substrátu (oblast 1) a na povrchu prstu (oblast 2). Rychlost skenování byla 20 $\mu\text{m/s}$, typ použitého hrotu NSG10/TiN.

a) oblast 1 – NSG10/TiN, 20 $\mu\text{m/s}$, 50 x 50 μm



b) oblast 2 – NSG10/TiN, 20 $\mu\text{m/s}$, 50 x 44 μm



Obr. 49: Struktura povrchu po vytvoření selektivního emitoru

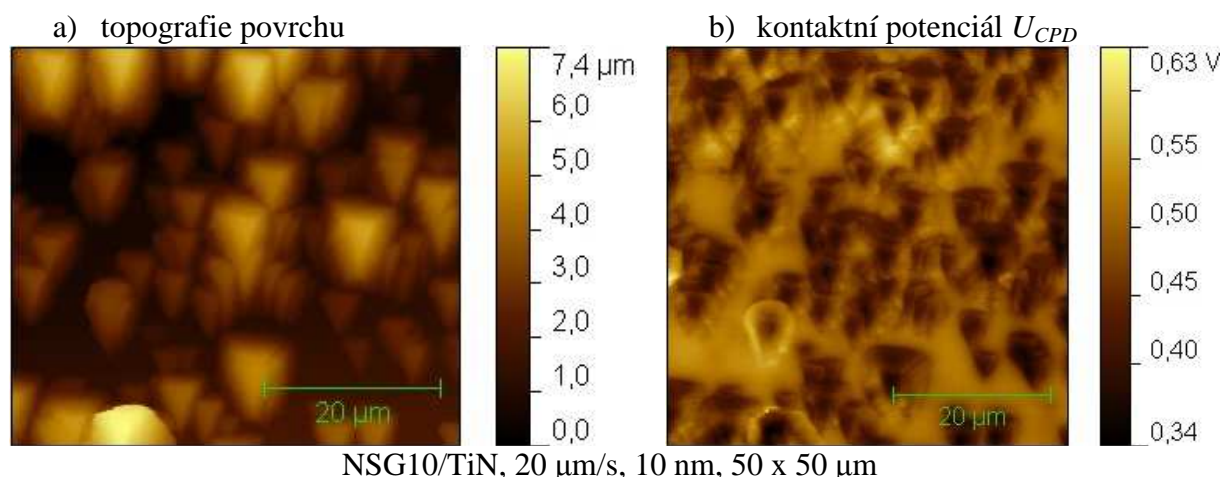
6.4 Měření kontaktního potenciálu

K měření elektrických vlastností monokrystalických i multikrystalických substrátů byla použita mikroskopie Kelvinovou sondou. Touto metodou lze určit hodnotu kontaktního potenciálu U_{CPD} . Současně lze tuto metodu použít ke zjištění homogenity vytvořené vrstvy, neboť hodnota U_{CPD} v daném místě úzce souvisí se složením vrstvy. Tato kapitola se také zabývá možností využití KPFM k charakterizaci vázaného náboje v pasivační vrstvě.

Jako vhodnější se v průběhu měření ukázaly leštěné desky, kde měření kontaktního potenciálu nebylo ovlivněno nerovnostmi na povrchu. Pro zjištění topografie byla využita mikroskopie atomárních sil v semikontaktním módu, hodnota kontaktního potenciálu U_{CPD} byla měřena v módu amplitudové modulace. Jedná se tedy o dvouprůchodovou metodu. Měření kontaktního potenciálu probíhalo ve vzdálenosti 10 nm nad zjištěným povrchem za použití sondy s pokoveným hrotem (NSG10/TiN), rychlost skenování byla 20 $\mu\text{m/s}$. Vyhodnocení snímků probíhalo v programech Gwyddion a NOVA.

Příklad vlivu struktury povrchu na měření kontaktního potenciálu je uveden na obr. 50. Jedná se o strukturu selektivního emitoru vytvořenou na monokrystalickém texturovaném povrchu vodivosti typu P. Obecný postup výroby selektivního emitoru je následující. Po difúzi emitoru je nanášena leptací pasta na oblasti mimo budoucí kontakty. Následně je odleptána vrstva N^+ , čímž dojde ke zvýšení vrstevového odporu mimo budoucí metalizaci. V místech budoucích kontaktů lze předpokládat vyšší úroveň difúze než v leptaných místech, kontaktní potenciál by

měl být odlišný. Pomocí optického mikroskopu byla k měření vybrána oblast s předpokládaným rozhraním. Na snímku 50 a) je struktura povrchu, která je popsána v kapitole 6.3.4 Topografie selektivního emitoru, na snímku 50 b) je současně vytvořený snímek kontaktního potenciálu, na němž je jasně vidět vliv struktury na naměřený kontaktní potenciál. Z tohoto důvodu nelze najít rozhraní leptané a neleptané oblasti a zároveň nelze určit úroveň difúze v jednotlivých oblastech.



Obr. 50: Povrch a kontaktní potenciál U_{CPD} selektivního emitoru vytvořeného na texturovaném substrátu

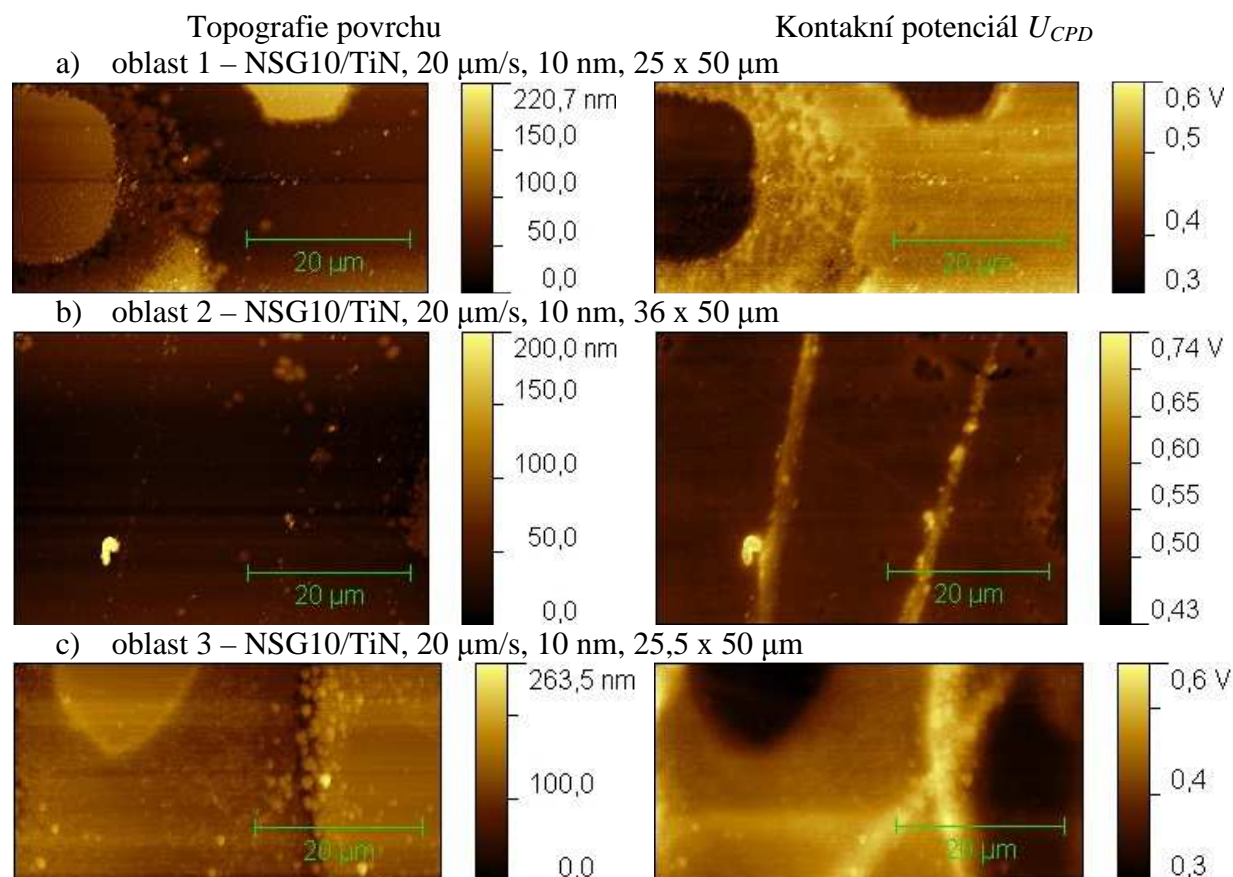
6.4.1 Kontaktní potenciál selektivního emitoru

Na obr. 52 jsou snímky topografie a kontaktního potenciálu selektivního emitoru vytvořeného na leštěné desce vodivosti typu P odleptáním části povrchové vrstvy vodivosti typu N. Měření bylo provedeno na více místech vzorku (oblast 1 až 3). Výhodou této přípravy selektivního emitoru je jasně viditelné rozhraní, což usnadňuje výběr oblasti pro měření, viz obr. 51. Vpravo na snímku je neleptaný povrch s vyšší úrovní difúze, vlevo pak leptaný s nižší úrovní difúze. Oblasti 1 a 3 obsahují leptaná i neleptaná místa, oblast 2 byla měřena vlevo od rozhraní, kde byl celý povrch leptán.



Obr. 51: Rozhraní selektivního emitoru na leštěné desce

Ze snímků na obr. 52 je patrné, že čím je vyšší úroveň difúze v daném místě, tím nižší je hodnota kontaktního potenciálu. Průměrná hodnota U_{CPD} v leptaném místě je cca 0,5 V, v neleptaném pak 0,3 V. Na snímcích kontaktního potenciálu 52 b) a 52 c) je jasně vidět nehomogenita vrstvy, způsobená nejspíše poškrábáním vrstvy. To vedlo k jejímu ztenčení, a proto je zde kontaktní potenciál vyšší.



Obr. 52: Povrch a kontaktní potenciál U_{CPD} selektivního emitoru vytvořeného na leštěné desce

6.4.2 Vlastnosti pasivační a antireflexní vrstvy

Účinnost pasivace závisí mj. na homogenitě pasivační vrstvy a polaritě vázaného náboje v ní. Homogenitu vrstvy lze snadno určit ze snímků kontaktního potenciálu. Lze předpokládat, že polarita a velikost vázaného náboje ovlivňuje i hodnotu kontaktního potenciálu. Pasivační a antireflexní vrstvy byly nanášeny na monokrystalické a multikrystalické substráty s leštěným povrchem nebo sleptanou pohmožděnou vrstvou. V tabulce 10 jsou uvedeny vybrané základní parametry měřených vrstev. V tabulce 11 je pro každou desku a skenovanou oblast uvedena maximální a minimální hodnota kontaktního potenciálu (U_{CPDH} , resp. U_{CPDL}) a hodnota mediánu (U_{CPDA}). Na obr. 53 až 59 jsou znázorněny vybrané snímky kontaktního potenciálu daného vzorku.

Tabulka 10: vybrané parametry měřených vrstev

Vzorek	Typ substrátu			Vrstva		Proces	Difúze
SiD_1	Monokrystalický	P	Leštěný	PSG	40 nm	Difúze	Ano
SiD_2	Monokrystalický	P	Leštěný	Si_3N_4	89 nm	LPCVD	
SiD_3	Monokrystalický	P	Leštěný	SiO_x	77 nm	Mokrý oxidace	Ne
SiD_4	Monokrystalický	P	Leštěný	SiO_x	171 nm	Mokrý oxidace	Ano
SiD_5	Monokrystalický	P	Leštěný	SiN_x	117 nm	PECVD	
SiD_6	Monokrystalický	P	KOH	Al_2O_3	10 nm	ALD	Ne
SiD_7	Multikrystalický	P	KOH	Al_2O_3	10 nm	ALD	Ne
SiD_8	Multikrystalický	P	KOH	Al_2O_3	10 nm	ALD	Ano
SiD_9	Monokrystalický		KOH	Al_2O_3	10 nm	ALD	

U vzorků SiD_1 až SiD_4 byla provedena 3 měření na různých místech povrchu desky, z technických důvodů nebylo možné provést stejný počet měření i u vzorku SiD_5. U vzorků SiD_6 až SiD_9 bylo provedeno jedno měření na každé straně desky a to za účelem zjištění rozdílů v pasivační vrstvě a případném doplnění neznámých parametrů. Tento postup byl zvolen proto, že při nanášení vrstev Al_2O_3 došlo k záměně některých substrátů, a toto by mohl být způsob jejich opětovnému určení. Při měření kontaktního potenciálu je současně zjišťována topografie povrchu, díky čemuž bylo možné zjistit strukturu vzorku SiD_9.

Tabulka 11: hodnoty kontaktního potenciálu U_{CPD}

	Oblast 1			Oblast 2			Oblast 3		
Vzorek	U_{CPDH} [V]	U_{CPDL} [V]	U_{CPDA} [V]	U_{CPDH} [V]	U_{CPDL} [V]	U_{CPDA} [V]	U_{CPDH} [V]	U_{CPDL} [V]	U_{CPDA} [V]
SiD_1	0,7691	0,4841	0,6836	1,1109	0,9969	1,0741	0,8193	0,7091	0,7632
SiD_2	8,391	6,639	7,580	8,535	7,473	8,027	8,515	6,917	7,531
SiD_3	1,2752	0,6139	1,0086	0,9667	0,4594	0,6237	3,122	1,721	2,642
SiD_4	1,5735	0,6476	1,4194	1,6060	0,6268	1,4614	1,652	0,016	0,881
SiD_5	0,6007	0,4242	0,5584	X	X	X	X	X	X
SiD_6	0,6434	0,1052	0,3620	1,005	0,2521	0,3718	X	X	X
SiD_7	0,6866	0,0962	0,3996	0,7415	0,0892	0,4235	X	X	X
SiD_8	0,4170	0,1213	0,2140	0,2402	- 0,2030	- 0,0096	X	X	X
SiD_9	0,4286	0,1074	0,2879	0,1595	- 0,0281	0,0447	X	X	X

Rozdíly v hodnotách kontaktního potenciálu v tabulce 11 mohou mít několik příčin:

- přítomnost difúze
- přítomnost nečistot na povrchu nebo v měřené vrstvě,
- nehomogenně vytvořená vrstva,
- opotřebovaný hrot,
- přítomnost, velikost a polohu vázaného náboje ve vrstvě,
- kombinace výše uvedených.

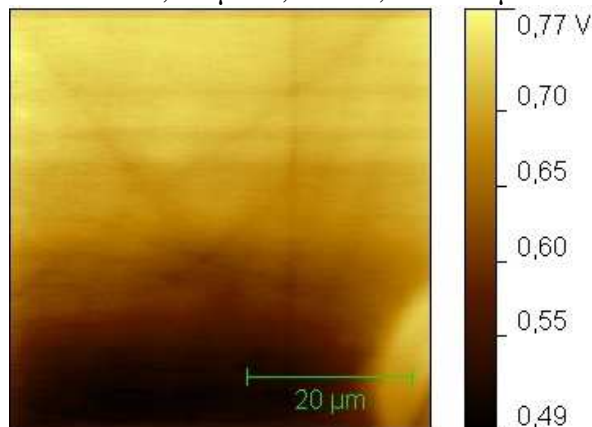
Maximální a minimální hodnota U_{CPD} je většinou spjata s přítomností nečistot na povrchu nebo v měřené vrstvě. Proto je pro popis povrchu a určení vázaného náboje využita jeho průměrná hodnota U_{CPDA} .

Hodnoty kontaktního potenciálu U_{CPDA} u vzorků SiD_6 a SiD_7 jsou pro obě strany srovnatelné a pohybují v intervalu 0,36 V až 0,42 V. Na obou stranách desky tak lze předpokládat stejnou vrstvu Al_2O_3 . Vzorky SiD_8 a SiD_9 mají hodnoty U_{CPDA} odlišné v závislosti na měřené straně. Hodnoty pro oblast 1 jsou srovnatelné s hodnotami u vzorků SiD_6 a SiD_7 (0,21 V až 0,29 V), což by odpovídalo přítomnosti Al_2O_3 vrstvy. Hodnoty U_{CPDA} pro oblast 2 jsou téměř nulové (-0,01 V, resp. 0,04 V). Při měření na selektivním emitru (6.4.1 Kontaktní potenciál selektivního emitru) bylo zjištěno, že čím vyšší je úroveň pětimocného dopantu v daném místě, tím nižší je hodnota kontaktního potenciálu. Téměř nulové hodnoty by tedy odpovídaly přítomnosti vrstvy s vodivostí typu N. Vzhledem k tomu, že Al_2O_3 vrstva byla nanášena i na substráty typu N, nelze určit, zdali byl měřeným povrchem substrát nebo vrstva vytvořená difúzí.

Na obr. 53 až 57 jsou zobrazeny vybrané kontaktní potenciály měřené ve středu leštěných desek. Největší rozdíly v homogenitě vrstvy jsou u desek SiD_3 a SiD_4 s oxidovou vrstvou a lze tedy předpokládat, že příčinou je právě proces oxidace. Na snímcích vrstev vytvářených chemickou depozicí z plynné fáze (SiD_2 a SiD_5) a na vrstvě fosforo-silikátového skla (SiD_1) jsou patrná malá místa s odlišným potenciálem. To může být způsobeno buď přítomností drobných nečistot na povrchu během skenování, nebo se jedná o nečistoty obsažené ve vrstvě, kam se dostaly během její depozice. Příklady snímků kontaktního potenciálu z neleštěných desek jsou uvedeny na obr. 58 a 59. Je na nich patrný vliv struktury povrchu na naměřenou hodnotu U_{CPD} . Přesto lze na povrchu určit místa s výrazně odlišnou hodnotou, jež je ale nejspíše způsobena přítomností nečistot na povrchu.

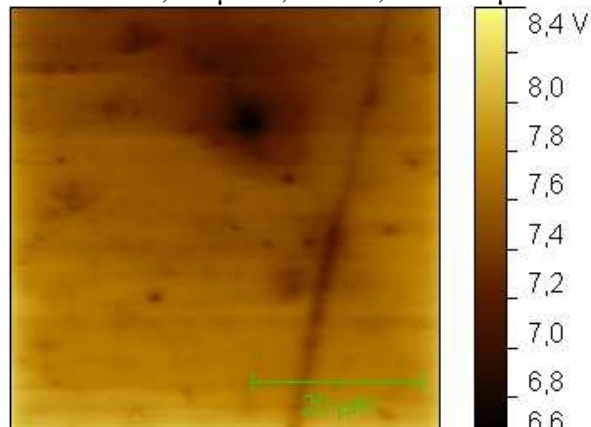
U vzorků SiD_1 až SiD_5 se předpokládá přítomnost kladného vázaného náboje v pasivační vrstvě, u vzorků SiD_5 až SiD_9 pak záporný náboj. Z vyhodnocení byly předem vyloučeny vrstvy, kde byla provedena difúze (SiD_1, SiD_9), neboť ta může překrýt vliv vázaného náboje. U vzorků SiD_2 a SiD_5 není známo, zdali je difúzní vrstva přítomna nebo ne. Z hodnot U_{CPDA} vyplývá, že vrstvy s předpokládaným kladným vázaným nábojem (SiD_2, SiD_3 a SiD_5) mají vyšší hodnotu kontaktního potenciálu než ty se záporným (SiD_6 a SiD_7). Pro přesnější určení vlivu polarity vázaného náboje by bylo potřeba měření na více vzorcích s danou vrstvou.

NSG10/TiN, 20 $\mu\text{m/s}$, 10 nm, 50 x 50 μm



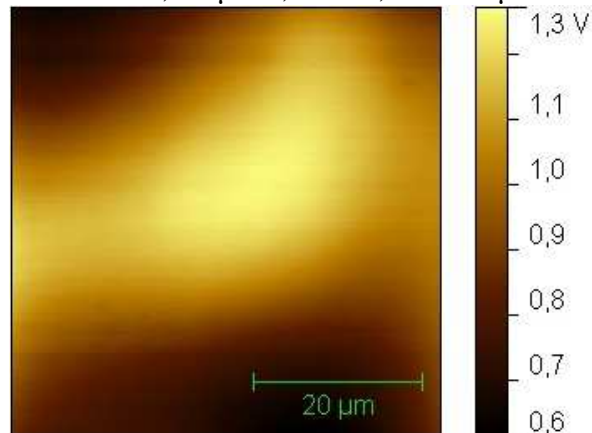
Obr. 53: Snímek U_{CPD} vrstvy PSG u vzorku SiD_1

NSG10/TiN, 20 $\mu\text{m/s}$, 10 nm, 50 x 50 μm



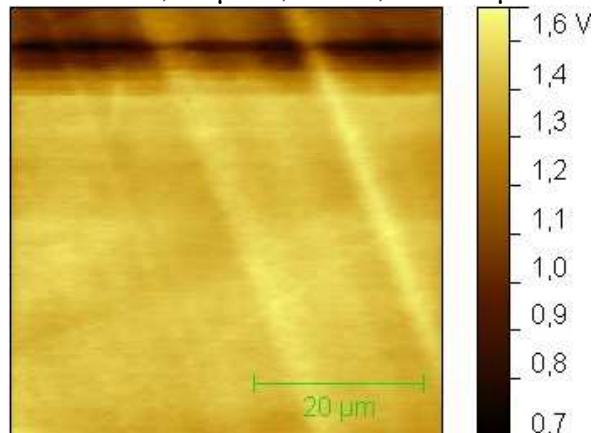
Obr. 54: Snímek U_{CPD} vrstvy nitridu křemíku u vzorku SiD_2

NSG10/TiN, 20 $\mu\text{m/s}$, 10 nm, 50 x 50 μm



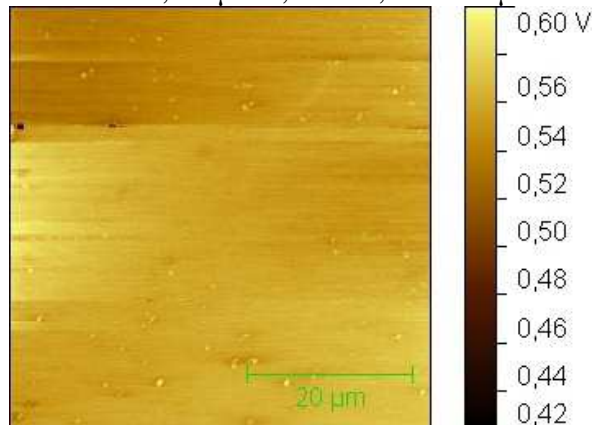
Obr. 55: Snímek U_{CPD} vrstvy oxidu křemíku u vzorku SiD_3

NSG10/TiN, 20 $\mu\text{m/s}$, 10 nm, 50 x 50 μm



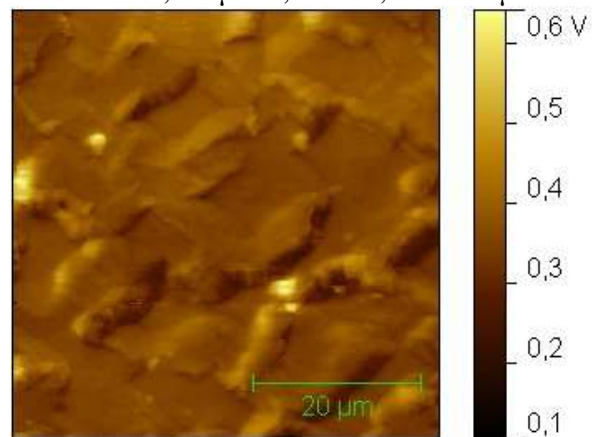
Obr. 56: Snímek U_{CPD} vrstvy oxidu křemíku na nitridu křemíku u vzorku SiD_4

NSG10/TiN, 20 $\mu\text{m/s}$, 10 nm, 50 x 50 μm



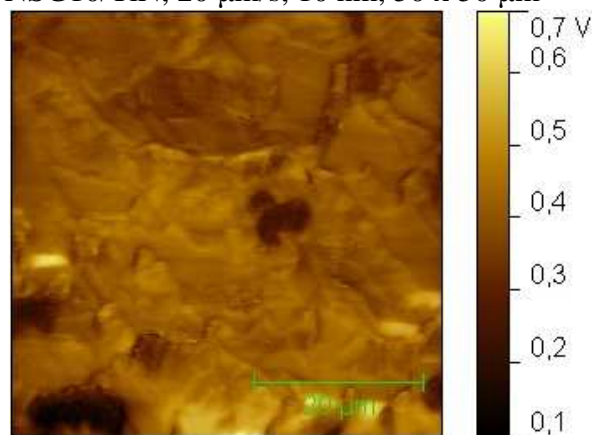
Obr. 57: Snímek U_{CPD} vrstvy nitridu křemíku u vzorku SiD_5

NSG10/TiN, 20 $\mu\text{m/s}$, 10 nm, 50 x 50 μm



Obr. 58: Snímek UCPD vrstvy oxidu hliníku u vzorku SiD_6

NSG10/TiN, 20 $\mu\text{m/s}$, 10 nm, 50 x 50 μm



Obr. 59: Snímek UCPD vrstvy oxidu hliníku u vzorku SiD_7

Závěr

Tato diplomová práce se zabývá využitím vybraných technik mikroskopie rastrující sondou ve výrobě krystalických křemíkových článků. První kapitola popisuje obecné aspekty mikroskopie rastrující sondou a tzv. artefakty. Druhá kapitola je věnována teorii mikroskopie atomárních sil a třetí kapitola teorii mikroskopie Kelvinovou sondou. V další části teoretické části práce je uveden postup výroby krystalických křemíkových solárních článků spolu s popisem měřicích metod, které se v dané fázi výroby používají pro zjištění vybraných vlastností. Současně je zde nastíněno možné využití mikroskopie atomárních sil a mikroskopie Kelvinovou sondou.

Vlastní měření byla prováděna na mikroskopu NTEGRA Prima od firmy NT-MDT v laboratořích společnosti Solartec s.r.o., jehož stručný popis je v kapitole 5 Měřicí zařízení. Z měřené topografie multikrystalických substrátů leptaných v alkalické lázni je patrný vliv krystalografické orientace zrn na výsledný povrch. Na snímcích monokrystalických substrátů leptaných v kyselých i zásaditých lázních je ilustrován vliv složení a teploty lázně a doby leptání na strukturu vytvořeného povrchu. Využití AFM bylo ověřeno v praxi, většina uvedených substrátů byla měřena za účelem zlepšení procesu kyselého leptání. V současnosti jsou připravovány další vzorky substrátů leptaných v různých kyselých lázních pro nalezení lázně s optimálními parametry.

Měření kontaktního potenciálu metodou KPFM na selektivním emitoru ukázalo, že místa s vyšší úrovní difúze vykazují menší hodnotu kontaktního potenciálu. Současně byl pozorován vliv topografie povrchu na naměřené hodnoty kontaktního potenciálu. Vzhledem k tomu byly pro další měření použity převážně leštěné desky. Na KPFM snímcích pasivačních a antireflexních vrstev nadeponovaných na leštěných substrátech jsou jasně vidět nečistoty ve vrstvě nebo nehomogenita vrstvy. V rámci této části práce byla provedena i měření na substrátech s odstraněnou pohmožděnou vrstvou. Protože tyto struktury nebyly vysoké tak jako povrch monokrystalického substrátu po texturaci, bylo možné zjistit hodnotu kontaktního potenciálu vrstvy.

Vliv vázaného náboje na hodnotu kontaktního potenciálu se nepodařilo zcela potvrdit. Kontaktní potenciál u vzorků s předpokládaným kladným nábojem ve vrstvě byl vyšší než u vrstev s předpokládaným záporným nábojem. Pro potvrzení této domněnky budou prováděna další měření na deskách s danými pasivačními a antireflexními vrstvami.

Součástí praktické části práce bylo vytvoření mikrovýbrusu desky, na němž by bylo možné pomocí KPFM pozorovat koncentrační profil a hloubku difúzní vrstvy. Vytvořené výbrusy však neměly dostatečně hladký povrch, který by umožňoval měření. Protože je ale znalost profilu a hloubky difúzní vrstvy důležitá pro další vývoj krystalických solárních článků (např. barevných solárních článků), bude se pokračovat v hledání optimálního procesu tvorby mikrovýbrusu.

Bibliografie

- [1] L. A. Bottomley, „Scanning Probe Microscopy,“ *Analytical Chemistry*, sv. 70, pp. 425-475, 1998.
- [2] R. Kubínek, M. Mašláň a M. Vůjtek, „Mikroskopie skenující sondou,“ Olomouc, 2003.
- [3] W. R. Bowen a N. Hilal, *Atomic Force Microscopy In Process Engineering*, Oxford: Elsevier, 2009.
- [4] D. Rugar a P. Hansma, „Atomic force microscopy,“ *Physics Today*, pp. 23-30, Říjen 1990.
- [5] „A guide to AFM image artifacts,“ 19 Červen 2008. [Online]. Available: <http://os.tnw.utwente.nl/otonly/afm%20artifacts.pdf>. [Přístup získán 3 Březen 2013].
- [6] R. Howland a L. Benatar, „A practical guide to scanning probe microscopy,“ ThermoMicroscopes, 2000.
- [7] M. Kovandová a V. Volák, „Vazebné síly,“ Edutorium - Techmania, [Online]. Available: <http://www.techmania.cz/edutorium/clanky.php?key=593>. [Přístup získán 28 Leden 2013].
- [8] A. C. Fischer-Cripps, „Nanoindentation,“ Springer New York, New York, 2011.
- [9] V. Popok, „Atomic Force Microscopy,“ 26 Listopad 2009. [Online]. Available: physics.gu.se/~popok/SPM/Chapter03.pdf. [Přístup získán 28 Leden 2013].
- [10] „SPM Principles,“ NT-MDT, [Online]. Available: <http://www.ntmdt.com/spm-principles>. [Přístup získán 5 Únor 2013].
- [11] NT-MDT, United advantages Ntegra probe nanolaboratory - Instruction manual, Moskva: NT-MDT, 2005.
- [12] S. Sadewasser a T. Glatzel, *Kelvin Probe Force Microscopy*, London: Springer, 2012.
- [13] „Non-Contact Mode AFM in Ambient Atmosphere,“ 25 Červen 2010. [Online]. Available: http://www.parkafm.com/AFM_guide/true_non_contact_mode_1.php. [Přístup získán 7 Únor 2013].
- [14] „The Kelvin Probe Principles,“ KP Technology Ltd., [Online]. Available: <http://www.kelvinprobe.info/technique-principles.htm>. [Přístup získán 10 Únor 2013].
- [15] „Theory Behind the Kelvin probe,“ KP Technology Ltd., [Online]. Available: <http://www.kelvinprobe.info/technique-theory.htm>. [Přístup získán 10 Únor 2013].

- [16] W. Melitz, J. Shen, A. C. Kummel a S. Lee, „Kelvin probe force microscopy and its application,“ *Surface Science Reports*, sv. 66, č. 1, pp. 1-27, 2011.
- [17] C. Honsberg a S. Bowden, „PV Education,“ [Online]. Available: <http://www.pveducation.org/>. [Přístup získán 12 Duben 2013].
- [18] O. Frantík, P. Wostrý, R. Bařinka a P. Lukařík, Vysokoteplotní procesy v polovodičové výrobě, Rořnov pod Radhořtēm: Czech RE Agency, o.p.s., 2011.
- [19] A. Luque a S. Hegedus, Handbook of photovoltaics science and engineering, West Sussex: John Wiley & Sons Ltd, 2003.
- [20] C. S. Solanki, Solar Photovoltaics : Fundamentals, Technologies and Applications, New Delhi: PHI Learning Private Limited, 2011.
- [21] Semilab, „Theory of Operatoin,“ v *WT-2000 Operator Manual*, 2009, pp. 19-34.
- [22] T. Markvart a L. Castañer, Practical Handbook of Photovoltaics: Fundamentals and Applications, Oxford: Elsevier Science Ltd., 2003.
- [23] A. Goetzberger, J. Knobloch a B. Voss, Crystalline Silicon Solar Cells, Chichester: John Wiley & Sons Ltd. , 1998.
- [24] J. Nijs, E. Demesmaeker, J. Szlufcik, J. Poortmans, L. Frisson, K. De Clercq, M. Ghannam, R. Mertens a R. Van Overstraeten, „Recent improvements in the screenprinting technology and comparison with the buried contact technology by 2D-simulation,“ *Solar Energy Materials and Solar Cells*, p. 101–117, Červen 1996.
- [25] J. Domaradzki, „Light Beam Induced Current (LBIC) technique for semiconductors and ICs testing,“ Faculty of Microsystem Electronics and Photonics, Wrocław University of Technology, Wrocław, 2008.
- [26] Sinton instruments, „Suns-Voc - Post-Diffusion Process Control,“ 19 Srpen 2011. [Online]. Available: <http://www.sintoninstruments.com/PDFs/Sinton-Instruments-Suns-Voc-product-note.pdf>. [Přístup získán 5 Květen 2013].
- [27] „Standard AFM probes — NT-MDT Tips,“ NT-MDT, [Online]. Available: <http://www.ntmdt-tips.com/products/group/golden>. [Přístup získán 12 Březen 2013].
- [28] M. Kormunda, „Chemické metody a fyzikálně-chemické metody: princip CVD, metody dekompozice, PECVD,“ 4 Duben 2013. [Online]. Available: <http://physics.ujep.cz/~mkormund/P223/FMD-prednaska8.pdf>. [Přístup získán 26 Duben 2013].